



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-20:2011/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT LÀM BÓNG**

National technical regulation on Food Additive – Glazing agent

HÀ NỘI - 2011

Lời nói đầu

QCVN 4-20:2011/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số 01/2011/TT-BYT ngày 13 tháng 01 năm 2011 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT LÀM BÓNG

National technical regulation on Food Additive – Glazing agent

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất làm bóng được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất làm bóng làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

- 3.1. Chất làm bóng: là phụ gia thực phẩm được cho thêm vào bề mặt phía ngoài của thực phẩm nhằm tạo độ bóng hoặc tạo lớp bảo vệ.
- 3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.
- 3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.
- 3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.6. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất làm bóng được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

- 1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với sáp ong
- 1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với sáp Candelilla
- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Shellac
- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dầu khoáng
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với sáp vi tinh thể

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất làm bóng phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất làm bóng

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất làm bóng phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất làm bóng sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI SÁP ONG

1. Tên khác, chỉ số	Beeswax INS 901
2. Định nghĩa	Sáp ong được lấy từ tổ ong mật (họ <i>Apidae</i> , ví dụ <i>Apis mellifera</i> L) sau khi đã rút hết hoặc ly tâm hết mật ong. Tổ ong được làm chảy với nước nóng, hơi nước hoặc phơi dưới ánh mặt trời, sau đó sản phẩm đã tan chảy được lọc và đóng thành bánh sáp ong vàng. Sáp ong trắng thu được bằng cách tẩy trắng sáp ong vàng dùng các chất oxy hóa như hydro peroxyd, acid sulfuric, hay ánh sáng mặt trời. Sáp ong là một hỗn hợp các ester của các acid béo và cồn béo, các hydrocarbon và acid béo tự do, và có một phần nhỏ các cồn béo tự do.
Mã số C.A.S.	8006-40-4 (sáp ong vàng) 8012-89-3 (sáp ong trắng)
3. Cảm quan	Sáp ong vàng: chất rắn màu vàng hoặc nâu sáng, khi lạnh thì dễ vỡ, khi vỡ tạo thành miếng mờ đục, dạng hạt, không có dạng tinh thể, ở

nhiệt độ khoảng 35°C trở nên mềm dẻo. Có mùi đặc trưng của mật ong.

Sáp ong trắng: chất rắn màu trắng hay màu trắng ngà (lớp mỏng thường trong mờ), có mùi nhẹ đặc trưng của mật ong.

4. Chức năng

Chất làm bóng, chất giải phóng, chất ổn định, chất tạo kết cấu cho kẹo cao su, chất mang cho phụ gia thực phẩm (bao gồm mang hương và mang màu), chất làm đục.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Không tan trong nước, ít tan trong cồn, rất dễ tan trong ether.

5.2. Độ tinh khiết

Khoảng nóng chảy 62 – 65°C

Chỉ số acid 17 – 24

Chỉ số peroxyd Không được quá 5,0. (xem mô tả trong phần Phương pháp thử)

Chỉ số xà phòng hóa 87 – 104

Sáp carnauba Đạt yêu cầu (xem mô tả trong phần phương pháp thử)

Ceresin, parafin và một số sáp khác Đạt yêu cầu (xem mô tả trong phần phương pháp thử).

Chất béo, sáp Nhật bản, colophan và xà phòng Đạt yêu cầu (xem mô tả trong phần phương pháp thử).

Glycerin và các polyol khác Không được quá 0,5% (tính theo glycerin) (xem mô tả trong phần phương pháp thử).

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Chỉ số peroxyd Cân chính xác 5 g mẫu vào bình nón 200 mL. Thêm 30 mL dung dịch cloroform và acid acetic (TT) 2:3 và đậy nút bình nón. Làm nóng mẫu trong nước ấm và xoay tròn để hòa tan mẫu. Để nguội đến nhiệt độ phòng và thêm 0,5 mL dung dịch kali iodid bão hòa. Đậy bình nón bằng nút và lắc mạnh trong 60 ± 5 giây. Thêm 30 mL nước lắc đều và chuẩn độ ngay bằng dung dịch natri thiosulfat dùng chỉ thị hồ tinh bột (TT). Tiến hành thêm trên một mẫu trắng.

$$\text{Chỉ số peroxyd} = \frac{(a - b) \times N \times 1000}{m}$$

Trong đó:

a = số mL natri thiosulfat dùng cho mẫu thử

b = số mL natri thiosulfat dùng cho mẫu trắng

N = nồng độ đương lượng của natri thiosulfat

m = khối lượng mẫu (g)

Sáp carnauba Cân khoảng 100 mg mẫu thử vào một ống nghiệm, thêm 20 mL *n*-butanol. Nhúng ống nghiệm vào chậu nước đang sôi, lắc hỗn hợp nhẹ

nhàng đến khi mẫu thử hòa tan hoàn toàn. Chuyển mẫu trong ống nghiệm vào một cốc có mỏ chứa nước ở 60°C, và để yên cho nước nguội xuống nhiệt độ phòng. Một khối xốp các tinh thể mịn giống hình kim tạo thành, tách khỏi lớp dung dịch mẹ trong suốt. Dưới kính hiển vi, các tinh thể xốp hình kim hoặc các bụi hình sao, không có khối vô định hình, chứng tỏ không có sáp carnauba.

Ceresin, parafin và một số loại sáp khác

Cân 3,0 g mẫu vào một bình cầu đáy tròn 100 mL, thêm 30 mL dung dịch kali hydroxyd 4% (kl/tt) trong ethanol không chứa aldehyd và đun nhẹ dưới ống sinh hàn hồi lưu trong 2 giờ. Tháo bỏ ống sinh hàn, nhúng ngay vào đó một nhiệt kế. Ngâm bình vào chậu nước 80°C và để cho nguội, liên tục lắc xoáy tròn bình. Không được có kết tủa trước khi nhiệt độ đạt đến 65°C, mặc dù dung dịch có thể trắng đục.

Chất béo, sáp Nhật bản, colophan và xà phòng

Đun 1 g mẫu với 35 mL dung dịch natri hydroxyd 1:7 trong 30 phút, giữ nguyên thể tích bằng cách thỉnh thoảng thêm nước, rồi để nguội hỗn hợp. Sáp sẽ tách ra, và dung dịch vẫn trong suốt. Lọc hỗn hợp lạnh và acid hóa dịch lọc bằng acid hydrochloric. Không có kết tủa tạo thành.

Glycerin và các polyol khác

Cho 0,20 g mẫu vào một bình cầu đáy tròn, thêm 10 mL dung dịch kali hydroxyd trong ethanol (TT), nối sinh hàn hồi lưu và đun trong một bình cách thủy trong 30 phút. Thêm 50 mL acid sulfuric loãng (TT), để nguội và lọc. Rửa bình và phễu lọc bằng acid sulfuric loãng (TT). Gộp dịch chiết và dịch rửa, pha loãng thành 100,0 mL acid sulfuric loãng (TT). Lấy 1,0 mL dung dịch vào một ống nghiệm, thêm 0,5 mL dung dịch natri periodat 1,07% (kl/tt) trong nước, lắc đều và để yên trong 5 phút. Thêm 1,0 mL dung dịch fuchsin đã làm mất màu (xem ở dưới), lắc đều. Kết tủa phải tan hết. Đặt ống vào một cốc có mỏ chứa nước ở 40°C. Để nguội, quan sát trong khoảng 10 – 15 phút. Nếu dung dịch chuyển thành màu tím xanh, màu phải không được đậm hơn màu dung dịch chuẩn pha đồng thời theo cách tương tự nhưng dùng 1,0 mL dung dịch glycerin 0,001% (kl/tt) trong acid sulfuric loãng (TT).

Dung dịch fuchsin được khử màu

Hòa tan 0,1 g fuchsin dạng base trong 60 mL nước. Thêm dung dịch gồm 1 g natri sulfit khan (tinh khiết thuốc thử) trong 10 mL nước. Thêm từ từ 2 mL acid hydrochloric, vừa thêm vừa lắc liên tục. Thêm nước đến đủ 100 mL. Để yên, tránh ánh sáng trong vòng ít nhất 12 giờ, loại màu bằng than hoạt tính và lọc. Nếu dung dịch trở nên đục, lọc trước khi dùng. Nếu sau khi để yên, dung dịch chuyển sang màu tím, loại màu lần nữa bằng than hoạt tính. Bảo quản tránh ánh sáng.

Chi

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI SÁP CANDELILLA

1. Tên khác, chỉ số

INS 902

2. Định nghĩa

Sáp candelilla thô thu được bằng cách đun sôi các nhánh khô của cây candelilla (*Euphorbia antisiphilitica*) trong nước đã được acid hóa bằng acid sulfuric để giải phóng ra sáp. Sáp tan chảy này sau đó được loại

	béo và để cho đông đặc lại, tiếp theo được tinh chế bằng cách xử lý với acid sulfuric và qua các công đoạn ép - lọc.
	Sáp candelilla về cơ bản chứa n-alkanes mạch lẻ (C ₂₉ đến C ₃₃) với các ester của các acid và các rượu có mạch carbon chẵn (C ₂₈ đến C ₃₄). Các acid tự do, rượu tự do, sterol, keo trung tính và các chất khoáng cũng có mặt.
<i>Mã số C.A.S.</i>	8006-44-8
3. Cảm quan	Dạng chất rắn, cứng, tròn, bóng màu nâu hơi vàng, có mùi thơm khi làm nóng.
4. Chức năng	Chất làm bóng, chất tạo kết cấu cho kẹo cao su, chất phủ bề mặt, chất mang cho phụ gia thực phẩm (bao gồm mang hương và mang màu), chất làm đục.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước, tan trong toluen.
<i>Độ hấp thụ hồng ngoại</i>	Phổ hồng ngoại của mẫu thử, đã được làm tan chảy và chuẩn bị để phân tích trên một tấm kali bromid phải tương ứng với phổ hồng ngoại của sáp candelilla tiêu chuẩn (xem Phụ lục).
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Khoảng nhiệt độ tan chảy</i>	68,5 ⁰ – 72,5 ⁰
<i>Chỉ số acid</i>	Từ 12 đến 22
<i>Chỉ số xà phòng hóa</i>	Từ 43 đến 65.
<i>Chì</i>	Không được quá 2 mg/kg.
6. Phương pháp thử	
Độ tinh khiết	
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

PHỤ LỤC 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI SHELLAC

1. Tên khác, chỉ số	INS 904
2. Định nghĩa	Senlac là nhựa polyester thu được từ cánh kiến đỏ, chất nhựa tiết ra từ loài côn trùng <i>Laccifer (Tachardia) lacca</i> Kerr (Họ Coccidae). Senlac đã tẩy màu thu được nhờ quá trình hoà tan cánh kiến đỏ trong dung dịch Na ₂ CO ₃ trong nước, sau đó tẩy màu bằng natri hypochlorit, kết tủa cánh kiến đỏ đã tẩy màu bằng dung dịch H ₂ SO ₄ loãng và sấy khô; senlac đã tẩy màu không chứa sáp được điều chế bằng cách xử lý tiếp, theo đó sáp được tách ra bằng cách lọc.
<i>Mã số C.A.S</i>	9000-59-3
3. Cảm quan	Sellac đã tẩy màu: dạng nhựa hạt vô định hình có màu trắng tới vàng

nhạt;

Senlac đã tẩy màu không chứa sáp: dạng nhựa hạt vô định hình có màu vàng sáng.

Chất làm bóng, chất phủ bề ngoài

4. Chức năng

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Phản ứng màu

Phải có phản ứng màu đặc trưng.

Độ tan

Không tan trong nước; tan chậm trong ethanol; ít tan trong aceton và ether.

Chỉ số acid

60 – 89 (xem mô tả trong phần Phương pháp thử)

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô

Không được quá 6,0 % (sấy ở 40°C trong 4 giờ, sau đó làm nguội đến nhiệt độ phòng trên silicagel trong 15 giờ)

Rosin

Đạt yêu cầu (xem mô tả trong phần Phương pháp thử).

Sáp

Senlac đã tẩy màu : không được quá 5,5% ; Senlac đã tẩy màu không có sáp: không được quá 0,2%

(xem mô tả trong phần Phương pháp thử)

Chì

Không được quá 2,0 mg/kg.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng màu

Cho vài giọt dung dịch chứa 1 g amoni molybdat trong 3 ml acid sulfuric vào 50 mg mẫu. Màu xanh lá cây được hình thành chuyển sang màu hoa cà khi dung dịch mẫu được trung hoà bằng dung dịch amoni hydroxyd 6N.

Chỉ số acid

Cân chính xác 1 g mẫu nghiền mịn và hoà trong 50 ml alcol trước đó đã được trung hoà bằng NaOH với chất chỉ thị phenolphthalein, và chuẩn độ bằng dung dịch KOH 0,1N. Xác định điểm kết thúc bằng cách sử dụng phenolphthalein TS hoặc dụng cụ đo điện thế. Nếu phenolphthalein được dùng, chuẩn độ cho đến khi màu hồng nhạt bền ít nhất trong 30 giây. Tính chỉ số acid bằng công thức:

$$\text{Chỉ số acid} = 56,1V \times N/W$$

Trong đó:

V: Thể tích dung dịch NaOH (ml)

N: Nồng độ dung dịch NaOH

W: Khối lượng mẫu (g) tính theo chất khô.

6.2. Độ tinh khiết

<i>Rosin</i>	Hoà tan 2 g mẫu trong 10 ml ethanol đã khử nước, và thêm từ từ 50 ml dung môi hexan vừa thêm vừa lắc. Chuyển hỗn hợp vào một phễu tách, rửa 2 lần 50 ml nước và loại bỏ nước rửa. Lọc lớp dung môi, cô đến khô và thêm 2 ml hỗn hợp gồm 1 phần thể tích phenol lỏng và 2 phần thể tích methylen chlorid vào phần cặn khô vừa cô được. Khuấy và chuyển một phần hỗn hợp vào hố rỗng của đĩa phản ứng màu. Làm đầy hố rỗng liền kề bằng hỗn hợp gồm 1 phần thể tích brom và 4 phần thể tích methylen clorid, đậy cả hai hố rỗng bằng một kính đồng hồ. Không có màu tím hoặc màu xanh indigo đậm được hình thành ở trong hoặc bên trên lớp dịch lỏng chứa cặn mẫu.
<i>Sáp</i>	Cân chính xác 10 g mẫu đã nghiền mịn và 2,5 g Na ₂ CO ₃ vào cốc cao dung tích 200 ml. Thêm vào 150 ml nước nóng, ngâm cốc trong cách thủy sôi và khuấy cho đến khi mẫu được hoà tan. Đậy cốc bằng một kính đồng hồ, gia nhiệt trong 3 giờ không khuấy, sau đó làm nguội trong chậu nước lạnh. Khi sáp nổi lên bề mặt, lọc hỗn hợp qua giấy lọc không tro tốc độ trung bình, chuyển sáp sang giấy và rửa phễu lọc bằng nước. Rót 5 -10 ml ethanol vào phễu lọc để làm khô nhanh. Gói giấy vào một tờ giấy lọc rộng, buộc bằng một sợi dây nhỏ và làm khô bằng cách gia nhiệt nhẹ. Chiết bằng cloroform trong dụng cụ chiết xuất liên tục thích hợp trong 2 giờ, sử dụng bình đã làm khô và cân khối lượng trước để hứng sáp trích ly và dung môi. Cô dung môi, làm khô sáp ở 105°C cho tới khối lượng không đổi, tính % sáp.
<i>Chi</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

PHỤ LỤC 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI DẦU KHOÁNG

1. Tên khác, chỉ số	Liquid parafin, liquid petrolatum, food grade mineral oil, white mineral oil INS 905a
2. Định nghĩa	Hỗn hợp của các hydrocarbon lỏng naphthalin và parafin đã tinh chế với điểm sôi trên 350°C; thu được từ các công đoạn tinh chế dầu khoáng thô khác nhau (ví dụ: chưng cất, trích ly và kết tinh) và làm sạch tiếp bằng acid và/hoặc xử lý hydrogen hóa có xúc tác; có thể chứa các chất chống oxy hoá được chấp thuận dùng cho thực phẩm.
<i>Mã số C.A.S</i>	8012-95-1
3. Cảm quan	Dạng dầu lỏng không màu, trong suốt, phát ra huỳnh quang dưới ánh sáng ban ngày; không mùi
4. Chức năng	Chất làm bóng, chất chống dính, chất bôi trơn, chất phủ bảo vệ
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	

<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước, ít tan trong ethanol, tan trong ether
<i>Đốt cháy</i>	Đốt cháy tạo ra ngọn lửa sáng chói và có mùi giống mùi parafin
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Độ nhớt ở 100°C</i>	Không nhỏ hơn 11 cSt
<i>Số carbon ở điểm chưng cất 5%</i>	Không nhỏ hơn 28
	Điểm sôi ở điểm chưng cất 5% cao hơn 422°C
<i>Khối lượng phân tử trung bình</i>	Không nhỏ hơn 500
<i>Độ acid hoặc độ kiềm</i>	Đạt yêu cầu.
<i>Các chất dễ than hoá</i>	Đạt yêu cầu.
<i>Hydrocarbon đa vòng thơm</i>	Đạt yêu cầu.
<i>Parafin rắn</i>	Đạt yêu cầu (xem mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Chi</i>	Không được quá 1,0 mg/kg.

6. Phương pháp thử

Độ tinh khiết

Độ acid hoặc độ kiềm

Cho 20 ml nước sôi vào 10 ml mẫu và lắc mạnh trong 1 phút. Tách lớp dung dịch nước và lọc. Cho 0,1 ml dung dịch phenolphthalein TS vào 10 ml dung dịch lọc được. Dung dịch không màu. Không được quá 0,1 ml dung dịch NaOH 0,1N thêm vào để thay đổi thành màu hồng.

Các chất dễ dàng than hoá

Cho 5 ml mẫu vào ống thử có nắp thủy tinh trước đó đã được rửa sạch bằng hỗn hợp dịch rửa acid chromic. Thêm 5 ml dung dịch H₂SO₄ TS và gia nhiệt trong cách thủy sôi trong 10 phút. Sau khi để ống thử trong chậu trong 30 giây, lấy ra nhanh và trong khi đang nắp lắc 3 lần thật mạnh theo phương thẳng đứng với biên độ 10 cm. Lặp lại sau mỗi đợt 30 giây. Không được để ống thử ngoài cách thủy quá 3 giây cho mỗi lần lắc. Kết thúc sau 10 phút tính từ thời gian bắt đầu đặt ống thử vào cách thủy cho đến khi lấy ra khỏi cách thủy. Mẫu giữ nguyên màu và acid không trở nên sẫm màu hơn màu chuẩn được chuẩn bị bằng cách trộn trong một ống thử tương tự 3 ml sắt (III) clorid TSC, 1,5 ml cobalt clorid TSC và 0,5 ml CuSO₄, hỗn hợp này được phủ bằng 5 ml dầu khoáng bên trên.

Parafin rắn

Làm khô lượng mẫu thích hợp bằng cách gia nhiệt ở 100°C trong 2 giờ và làm nguội trong bình hút ẩm trên acid H₂SO₄ đậm đặc. Cho vào ống thủy tinh có đường kính trong khoảng 25 mm, đặt ống và ngâm ống vào trong chậu nước đá. Sau 4 giờ, chất lỏng tạo thành phải đủ trong để có thể nhìn thấy dễ dàng một vạch màu đen rộng 0,5 mm trên nền trắng giữ thẳng đứng ở phía sau ống thủy tinh.

Chi

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

PHỤ LỤC 5

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI SÁP VI TINH THỂ

1. Tên khác, chỉ số	Petroleum wax; INS 905c	
2. Định nghĩa	Sáp vi tinh thể là hỗn hợp tinh chế của các hydrocarbon bão hoà, rắn chủ yếu là parafin nhánh, thu được từ dầu mỏ.	
3. Cảm quan	Dạng sáp không màu hoặc trắng, hơi trong mờ, không vị và không mùi	
4. Chức năng	Chất gum cao su, chất phủ bảo vệ, chất chống tạo bọt, chất làm bóng	
5. Yêu cầu kỹ thuật		
5.1. Định tính		
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước, tan rất ít trong ethanol, ít tan trong diethyl ether và hexan.	
<i>Chỉ số khúc xạ</i>	n (100, D): 1,434 – 1,448	
<i>Phổ hấp thụ hồng ngoại</i>	Phổ hấp thụ hồng ngoại của mẫu nóng chảy và chuẩn bị trên một tấm caesi hoặc kali bromid tương ứng với phổ trong phần Phụ lục	
5.2. Độ tinh khiết		
<i>Độ nhớt ở 1000C</i>	Không được nhỏ hơn 11 mm ² /giây Xem mô tả trong phần Phương pháp thử	
<i>Số carbon ở điểm chưng cất 5%</i>	Không được quá 5% các phân tử có số carbon nhỏ hơn 25 Xem mô tả trong phần Phương pháp thử	
<i>Khối lượng phân tử trung bình</i>	Không nhỏ hơn 500 Xem mô tả trong phần Phương pháp thử	
<i>Cặn sau khi nung</i>	Không được quá 0,1% Xem mô tả trong phần Phương pháp thử	
<i>Màu sắc</i>	Xem mô tả trong phần Phương pháp thử	
<i>Lưu huỳnh</i>	Không được quá 0,4% Xem mô tả trong phần Phương pháp thử	
<i>Chì</i>	Không được quá 3,0 mg/kg.	
<i>Hydrocarbon đa vòng thơm</i>	Mẫu thử phải đáp ứng các giới hạn hấp thụ tia cực tím khi tiến hành phân tích như được mô tả trong Phương pháp thử.	
	Bước sóng (nm)	Độ hấp thụ cực đại/chiều dài đường truyền (cm)
	280 - 289	0,15
	290 - 299	0,12
	300 - 359	0,08
	360 - 400	0,02
6. Phương pháp thử		
Độ tinh khiết		
<i>Độ nhớt ở 1000C</i>	(ASTM D 445 được chấp nhận với sự cho phép từ Sách thường niên Tiêu chuẩn ASTM bản quyền của Hiệp hội Mỹ về Thử nghiệm và Vật liệu, 100 Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19.428 bản sao của tiêu chuẩn ASTM hoàn chỉnh có thể được mua trực tiếp từ ASTM, điện thoại 610-	

832. - 9.585, fax: 610-832-9555, e-mail: service@astm.org,
 website: http://www.astm.org)

Sử dụng nhớt kế mao quản thủy tinh, đã hiệu chỉnh và có khả năng đo độ nhớt động học với độ lặp lại chỉ có 1/20 trường hợp vượt quá 0,35%. Ngâm nhớt kế trong chậu chất lỏng nóng ở nhiệt độ $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ thích hợp đối với mẫu thử, đảm bảo trong suốt quá trình đo, lúc nào mẫu thử trong nhớt kế cũng ở dưới bề mặt chất lỏng trong chậu ít nhất là 20 mm. Cho mẫu vào nhớt kế theo cách chỉ dẫn thiết kế thiết bị. Giữ mẫu trong chậu khoảng 30 phút. Điều chỉnh thể tích mẫu đến vạch qui định theo thiết kế của nhớt kế. Dùng áp lực điều chỉnh mức trên cùng của mẫu đến vị trí cách phía trên của vạch mức thứ nhất khoảng 5 mm trong nhánh mao quản của thiết bị. Cho mẫu chảy tự do, đo, thời gian cần thiết cho mặt khum của chất lỏng chuyển từ vạch định mức thứ nhất đến vạch định mức thứ hai. Thời gian đo được tính bằng giây với sai lệch $\pm 0,2$ giây. Nếu thời gian nhỏ hơn 200 giây, chọn nhớt kế có mao quản có đường kính nhỏ hơn và lặp lại cách làm. Đo thời gian chảy lần hai. Nếu cả hai lần đo có sai số trong khoảng 0,2%, độ nhớt động học được tính bằng giá trị trung bình. Nếu cả hai lần đo không tương đồng thì lặp lại cách xác định sau khi làm sạch và làm khô cẩn thận nhớt kế.

$$\text{Độ nhớt ở } 100^{\circ}\text{C (mm}^2\text{/giây)} = C \times t$$

Trong đó:

C: Hệ số hiệu chỉnh nhớt kế ($\text{mm}^2\text{/giây}$)

t: thời gian chảy (giây)

Số carbon ở điểm chung cắt
5%

“Số carbon” là số nguyên tử carbon trong một phân tử. Xác định số carbon có trong mẫu bằng sắc ký khí. Dưới đây chỉ ra một số điều kiện hoạt động điển hình để xác định đến số carbon đến 45.

Chiều dài cột (m)	25	30	15
Đường kính trong (mm)	0,32	0,53	0,25
Pha tĩnh	DB-1 methyl silicon	RTX-1 methyl silicon	DB-5 5% phenyl methyl silicon
Độ dày lớp phim mỏng (μm)	0,25	0,25	0,25
Khí mang	heli	heli	heli
Tốc độ dòng (ml/phút)	1,56	5,0	2,3
Tốc độ tuyến (cm/giây)	33	35	60
Chương trình nhiệt độ			
Nhiệt độ ban đầu	80°C	80°C	80°C
Tốc độ nâng nhiệt ($^{\circ}\text{C}/\text{phút}$)	10	8	5
Nhiệt độ cuối cùng	380°C	340°C	350°C
Kỹ thuật bơm	ngụội trên cột	ngụội trên cột	ngụội trên cột
Detector	FID	FID	FID

Nhiệt độ	380°C	340°C	375°C
Dung tích mẫu (µl)	1,0	1,0	1,0

Lưu ý: Bằng cách tối ưu hoá chiều dài cột tách và/hoặc nhiệt độ cột, các loại sáp với số carbon cao hơn 45 cũng có thể phân tích được.

Các chuẩn để hiệu chuẩn và định tính:

Các mẫu chuẩn của paraffin thông thường bao phủ khoảng số carbon của mẫu có độ tinh khiết lớn hơn 95%.

Chuẩn tuyến tính

Chuẩn bị một hỗn hợp đã biết khối lượng của các n – paraffin có chuỗi carbon C₁₆ – C₆₅, hoà tan hỗn hợp trong cyclohexan. Sử dụng những lượng tương đương của mỗi loại paraffin đã cân chính xác đến 1%. Các dung dịch có nồng độ 0,01 % (tính theo khối lượng) có thể được sử dụng. Không nhất thiết phải bao gồm mọi n-paraffin trong hỗn hợp này miễn là nó chứa C₁₆, C₄₄, và cả C₆₀ nếu xác định số lượng carbon cao hơn liên quan) và ít nhất một trong mỗi n - paraffin thứ tư. Chất chuẩn này phải được đậy chặt để ngăn ngừa thất thoát dung môi.

Dung dịch nội chuẩn:

Chuẩn bị dung dịch gốc chứa 0,5% (theo khối lượng w/w) n – C₁₆ trong n – hexan (độ tinh khiết tối thiểu 98%) bằng cách cân chính xác 0,4 g n – C₁₆ cho vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm 100 ml cyclohexan và cân lại. Ghi khối lượng n – C₁₆ (W_{ISTD}) tới trong khoảng 0,001 g và khối lượng của dung dịch gốc (W_S) tới trong khoảng 0,1 g. Chuẩn bị dung dịch nội chuẩn loãng bằng cách pha một phần dung dịch gốc với 99 phần cyclohexan. Tính nồng độ dung dịch nội chuẩn theo công thức sau:

$$C_{\text{INST}} = \frac{W_{\text{ISTD}}}{W_{\text{S}}} \times \frac{100}{100} \% \text{ (w/w)}$$

Trong đó:

C_{ISTD}: Nồng độ của n – C₁₆ trong dung dịch nội chuẩn loãng (% theo khối lượng)

W_S: Khối lượng dung dịch gốc (g)

Kiểm tra mẫu trắng:

Bơm 1 µl dung môi. Không có pick nào được phát hiện trong khoảng thời gian lưu mà sáp rửa giải.

Độ phân giải cột:

Bơm 1 µl dung dịch 0,05% mỗi n – C₂₀ và n – C₂₄ trong cyclohexan. Độ phân giải cột R không được nhỏ hơn 30 được tính toán theo công thức sau:

$$R = \frac{2d}{1.699 (W1 + W2)}$$

Trong đó:

d: Khoảng cách giữa cực đại pic của n – C₂₀ và n – C₂₄ (mm)

W₁: Pic bằng một nửa chiều cao của n – C₂₀ (mm)

W_2 : Pic bằng một nửa chiều cao của $n - C_{24}$ (mm)

Độ tuyến tính:

Phân tích chuẩn tuyến tính. Các hệ số đáp ứng khối lượng tính toán liên quan đến hexadecan phải trong khoảng 0,90 – 1,10.

Độ lặp lại thời gian lưu:

Phân tích chuẩn tuyến tính 2 lần. Các thời gian lưu đối với phân tích 2 lần phải không chênh lệch hơn 0,1 phút.

Hiệu chuẩn đối với xác định $n - \text{parafin}$:

Xác định thời gian lưu của từng $n - \text{parafin}$ trong chuỗi $C_{16} - C_{44}$ (hoặc C_{60} nếu xác định số carbon cao hơn liên quan) bằng cách bơm lượng nhỏ của mỗi parafin hoặc riêng biệt hoặc trong hỗn hợp đã biết trước.

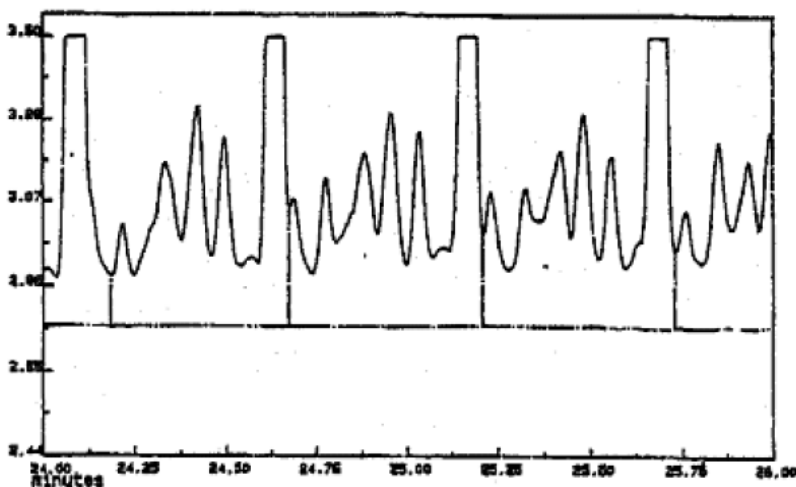
Lấy mẫu:

Gia nhiệt mẫu tại nhiệt độ cao hơn 10°C so với nhiệt độ sáp được nấu chảy hoàn toàn. Trộn đều bằng cách khuấy... sử dụng ống nhỏ giọt sạch, nhỏ một vài giọt lên trên mặt tấm lá nhôm sạch, để đông đặc và bẻ thành từng miếng. Lá nhôm thường có chứa sẵn một màng mỏng bằng dầu. Trước khi sử dụng, dầu này phải được loại bỏ bằng cách rửa lá nhôm bằng các dung môi như hexan hoặc cồn khoáng.

Cách tiến hành:

Cân chính xác 0,01 g mẫu ($W_{\text{mẫu}}$) thu được theo mô tả trong phần lấy mẫu, cho vào một lọ thủy tinh có dung tích 15 ml. Thêm khoảng 12 ml dung dịch nội chuẩn loãng, đậy nắp lọ và cân chính xác khối lượng của dung dịch nội chuẩn pha loãng thêm vào (W_{INSTD}). Lắc lọ cho đến khi sáp hòa tan hoàn toàn, sử dụng cách gia nhiệt nhẹ nếu cần thiết.

Bơm 0,5 – 1,0 μl dung dịch mẫu. Ghi lại sắc ký đồ và lưu giữ tín hiệu detector. Pic từ dung dịch nội chuẩn phải được phân giải hoàn toàn khỏi diện tích mẫu sáp. Dựa vào thời gian lưu như thu được trong phần Hiệu chuẩn đối với xác định $n - \text{parafin}$, định tính các pic parafin. Sử dụng vạch thẳng đứng lên đường nền nằm ngang, lấy tích phân tín hiệu của detector. Tổng cộng diện tích của tất cả các pic của mỗi số carbon. Theo quy ước, các pic gán số carbon n là những pic rửa giải giữa thung lũng ngay pic parafin (C_{n-1}) và thung lũng tương ứng tiếp sau pic parafin (C_n).



Hình 1: Tổng số carbon (sắc ký đồ với đường nền nằm ngang)

Tính kết quả:

Đối với mỗi số carbon, hàm lượng tính theo % khối lượng được tính theo công thức sau:

$$C_i = \frac{A_i}{A_{ISTD}} \times RRF_i \times \frac{W_{ISTD}}{W_{mẫu}} \times C_{ISTD}$$

Trong đó:

C_i : Hàm lượng hydrocarbon có số carbon i (% theo khối lượng)

A_i : Tổng diện tích của các hydrocarbon với số carbon i

A_{ISTD} : Diện tích của pick nội chuẩn $n - C_{16}$

RRF_i : Hệ số đáp ứng liên quan đến $n - C_{16}$

W_{ISTD} : Khối lượng dung dịch nội chuẩn loãng

$W_{mẫu}$: Khối lượng mẫu sáp

C_{ISTD} : Nồng độ $n - C_{16}$ trong dung dịch nội chuẩn loãng

Hàm lượng tổng hợp của các thành phần có số carbon nhỏ hơn 25 không được quá 5%.

Khối lượng phân tử trung bình

Sử dụng phân bố số carbon thu được trong phần thử về "Số carbon tại điểm chưng cất 5%" tính khối lượng phân tử trung bình theo công thức sau:

$$\frac{\sum_{i=17}^{i=i} C_i (14i+2)}{100}$$

Trong đó:

i : Số carbon

C_i : Hàm lượng các thành phần có số carbon i (%)

Cặn sau khi nung

Cân chính xác 2 g mẫu cho vào đĩa sứ hoặc platin đã biết khối lượng và gia nhiệt trên ngọn lửa. Mẫu bay hơi mà không thoát ra mùi hăng. Nung ở nhiệt độ không quá sắc đỏ tối cho đến khi không còn carbon. Làm nguội trong bình hút ẩm và cân.

Màu sắc

Làm tan chảy khoảng 10 g mẫu trong chậu hơi nước và cho 5 ml chất lỏng vào ống thử vi sinh bằng thủy tinh sạch, kích thước 16 x 150 mm: chất lỏng được làm ấm, tan chảy không được sẫm màu hơn dung dịch được tạo ra bằng cách trộn hỗn hợp gồm 3,8 ml sắt (III) clorid TS (FNP 5) và 1,2 ml cobal clorid TS (FNP 5) trong ống thử tương tự, so sánh hai ống bằng phản chiếu ánh sáng tương phản với nền màu trắng, các ống thử được giữ trực tiếp tương phản với nền ở một góc mà không có huỳnh quang.

Lưu huỳnh

(ASTM D 2622 Xem phép thử đối với Độ nhớt ở 100°C về Bản quyền cho phép)

Xác định bằng phép đo phổ tia X sử dụng các điều kiện sau:

Dụng cụ, thiết bị:

- Máy quang phổ tia X được trang bị để phát hiện tia mềm trong dải 537 Å.
- Đường truyền quang của heli
- Thiết bị phân tích chiều cao xung hoặc các thiết bị phân biệt năng lượng khác
- Detector được thiết kế để phát hiện các tia X bước sóng dài

Tinh thể phân tích phù hợp với độ tán sắc của tia X K_{α} lưu huỳnh trong khoảng góc của thiết bị quang phổ được sử dụng. Pentaerythritol và germani là phổ biến nhất mặc dù những chất ít phản chiếu hơn như EDDT, ADP và thạch anh có thể được dùng.

Ống tia X phát bức xạ K_{α} lưu huỳnh.

Ống tia X với mục tiêu vonfram, platin hoặc crom.

Độ nhạy chuẩn:

Các chất petroleum lỏng chứa lưu huỳnh ở các nồng độ xấp xỉ khoảng giữa đồ thị hiệu chuẩn được sử dụng cho phép thử.

Chuẩn hiệu chỉnh:

Chuẩn bị chuẩn hiệu chỉnh bằng cách pha cẩn thận lượng di-n-butyl sulfid (chuẩn tinh khiết cao với một phân tích được chứng nhận, sản xuất đặc biệt như một chất hiệu chỉnh cho phương pháp này, luôn có sẵn của Công ty Philips Petroleum, Bartlesville, OK, Mỹ) với dầu trắng (chứa nhỏ hơn 5 mg/kg). Các nồng độ chuẩn chính xác được chuẩn bị gồm 0,1; 0,25; 0,5 và 1,0% (theo trọng lượng).

Đường chuẩn:

Đo bức xạ lưu huỳnh phát ra thực từ mỗi chuẩn hiệu chỉnh. Vẽ đồ thị cường độ, dưới dạng số đếm thực trên giây, với nồng độ lưu huỳnh.

Để duy trì giá trị đường chuẩn với sự thay đổi nhỏ về độ nhạy các thiết bị, đo độ nhạy chuẩn tại các khoảng thời gian thường xuyên trong các ngày chạy. Thiết lập tỷ lệ tính của chuẩn này bằng cách đo độ nhạy của chúng tại các khoảng thời gian thường xuyên trong quá trình chuẩn bị đường hiệu chuẩn. Tính hệ số hiệu chỉnh đối với các thay đổi độ nhạy của thiết bị hàng ngày bằng công thức sau:

$$F = \frac{A}{B}$$

Trong đó:

A: Số đếm của độ nhạy chuẩn được xác định tại thời điểm hiệu chỉnh

B: Số đếm của độ nhạy chuẩn được xác định tại thời gian phân tích

Cách tiến hành:

Đặt mẫu trong công đo thích hợp. Mặc dù bức xạ lưu huỳnh xuyên qua chỉ một khoảng nhỏ trong mẫu, phân tán từ cốc mẫu và mẫu có thể khác nhau đến mức mà một lượng cụ thể hoặc một lượng tối thiểu mẫu phải được sử dụng.

Đặt mẫu trong chùm tia X và cho phép khí quyển quang học tia X để đến trạng thái cân bằng. Xác định cường độ của bức xạ K_{α} lưu huỳnh tại 5,373 Å bằng cách đo tốc độ đếm tại những chỗ góc chính xác đặt cho

bước sóng này. Đo tốc độ đếm nền tại 5,190 Å.

Tính kết quả:

Hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu được tính theo công thức sau:

$$R = \left[\frac{C_K}{S_1} - \frac{C_B \times F'}{S_2} \right] \times F$$

Trong đó:

R: Tốc độ đếm thực đã được hiệu chỉnh

C_K: Tổng số đếm thu được tại 5,373 Å đối với mẫu

S₁: Thời gian cần thiết để thu được các số C_K (giây)

C_B: Tổng số đếm thu được tại 5,190 Å đối với nền

S₂: Thời gian cần thiết để thu được các số C_B (giây)

F': Tốc độ đếm tại 5,373 Å / tốc độ đếm tại 5,190 Å đối với mẫu không chứa lưu huỳnh

F: Hệ số hiệu chỉnh đối với các thay đổi độ nhạy thiết bị hàng ngày.

Sử dụng tốc độ đếm thực đã hiệu chỉnh, đọc nồng độ lưu huỳnh từ đường chuẩn.

Chi

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

Hydrocarbon đa vòng thơm

Hướng dẫn chung:

Do độ nhạy của phép thử, khả năng sai số phát sinh từ nhiễm bẩn là khá lớn. Điều quan trọng nhất là tất cả dụng cụ thủy tinh phải được cọ rửa sạch nghiêm ngặt để loại bỏ tất cả các chất hữu cơ như dầu, mỡ, dư lượng chất tẩy rửa,... Kiểm tra tất cả dụng cụ thủy tinh, bao gồm cả nút và các van, dưới ánh sáng tử ngoại để phát hiện bất kỳ ô nhiễm huỳnh quang còn sót lại. Như một biện pháp đề phòng, khuyến nghị thực hành rửa tất cả dụng cụ thủy tinh với isooctane tinh khiết ngay trước khi sử dụng. Không sử dụng bất kỳ mỡ bôi trơn nào hoặc khớp nối. Hết sức cẩn thận để tránh ô nhiễm các mẫu sáp trong việc xử lý và để đảm bảo không có bất kỳ chất không liên quan phát sinh từ bao bì không thích hợp là điều cần thiết. Bởi vì một số các hydrocarbon đa vòng tìm được trong thử nghiệm này rất dễ bị oxy hóa bởi ánh sáng, toàn bộ quy trình phải được thực hiện dưới ánh sáng dịu.

Thiết bị, dụng cụ:

- Phễu chiết: dung tích 250 ml, 500 ml, 1.000 ml và tốt nhất là loại có dung tích 2.000 ml, có khoá van bằng polymer tetrafluoroethylen.

- Bình chứa: dung tích 500 ml, được trang bị một khớp nối thon chuẩn 24/40 nối tại đáy bình và một khớp nối cầu ở trên đỉnh bình để nối với nguồn cung cấp nitrogen. Khớp nối thích hợp phải được trang bị các móc thủy tinh.

- Cột sắc ký: dài 180 mm, đường kính trong 15,7 ±0,1 mm, được trang bị

với một đĩa thủy tinh xấp thô, khoá van polymer tetrafluoroethylen và một khớp nối thon chuẩn 24/40 có lỗ để lắp ở vị trí cuối đối diện. (chiều dài toàn bộ của cột với khớp nối có lỗ để lắp là 235 mm).

- Đĩa: được làm bằng polymer tetrafluoroethylen đường kính 2 inch, dày 3/16 inch có lỗ ở giữa để vừa khít thân cột sắc ký.

- Áo gia nhiệt: hình nón, dùng cho phổ chiết dung tích 500 ml. (Được sử dụng với bộ kiểm soát biến nhiệt).

- Bình hút: Bình lọc dung tích 250 ml hoặc 500 ml.

- Ống sinh hàn: khớp nối 24/40, nối với ống khô, chiều dài không bắt buộc

- Bình cô (không bắt buộc): Tất cả bình thủy tinh dung tích 250 ml hoặc 500 ml được trang bị với nắp đậy thon chuẩn có ống dẫn vào và ra cho phép nitrogen qua ngang bề mặt của chất lỏng được cô.

- Dụng cụ chưng cất chân không: tất cả bằng thủy tinh (để làm sạch dimethyl sulfoxid); bình cất dung tích 2 lít có áo gia nhiệt; sinh hàn Vigreux được bao chân không (hoặc tương đương) có chiều dài khoảng 45 cm và đầu chưng cất nối với ống sinh hàn có thể chia nhánh lạnh. Dùng polymer tetrafluoroethylen bọc ngoài các khớp nối thủy tinh để ngăn đóng băng. Không được sử dụng mỡ ở các khoá van hoặc các khớp nối.

- Các công đo quang phổ: các công đo làm từ thạch anh nấu chảy, chiều dài đường truyền quang $5,0 \pm 0,005$ cm; một loại công đo khác chỉ để kiểm tra hiệu suất của thiết bị quang phổ, có chiều dài đường truyền quang học $1,000 \pm 0,005$ cm. Với nước cất trong các công đo, xác định xem có chênh lệch độ hấp thụ hay không.

- Thiết bị quang phổ: Dải quang phổ 250 – 400 nm với chiều rộng khe phổ 2 nm hoặc nhỏ hơn, theo các điều kiện hoạt động của thiết bị để đo độ hấp thụ, thiết bị quang phổ cũng phải đáp ứng các yêu cầu thực hiện sau đây:

Độ lặp lại hấp thụ : $\pm 0,01$ tại độ hấp thụ 0,4

Độ chính xác hấp thụ : $\pm 0,05$ tại độ hấp thụ 0,4

Độ lặp lại bước sóng: $\pm 0,2$ nm

Độ chính xác bước sóng: $\pm 1,0$ nm

- Bình khí nitrogen: nitrogen tinh khiết trong bình khí nén được trang bị bộ điều áp và van để kiểm soát dòng khí tại 5 p.s.i.g.

Nguyên vật liệu và hoá chất:

- Dung môi hữu cơ: Tất cả dung môi được sử dụng trong qui trình phải phù hợp với các đặc tính kỹ thuật và phép thử được mô tả trong phần các đặc tính kỹ thuật này. Isooctan, benzen, aceton và methyl alcol được chỉ rõ trong danh sách dưới đây sẽ phải qua phép thử sau:

Cho lượng dung môi xác định vào trong bình tam giác dung tích 250 ml. thêm vào 1 ml n – hexadecan tinh khiết và cô trên chậu hơi nước dưới dòng nitrogen (áo lá nhôm rời bao quanh bình sẽ làm tăng tốc độ cô). Ngưng cô khi còn lại không quá 1 ml cặn. (Cho một phần 10 ml isooctan tinh khiết vào cặn từ benzen, cô lại và lặp lại một lần nữa để đảm bảo đã loại hoàn toàn benzen).

Cách khác, thời gian cô có thể giảm bằng cách sử dụng bình cô tùy chọn. Trong trường hợp này dung môi và n – hexadecan được cho vào trong bình đặt trong nồi cách thủy, lắp hệ thống ống và một dòng nitrogen được

cho vào qua đường ống vào trong khi đường ống ra được nối với một bể dung môi và đường chân không như là cách để ngăn bất kỳ dòng ngưng nào quay ngược lại vào bình.

Hoà tan 1 ml cặn hexadecan trong isooctan và định mức tới vạch. Đo độ hấp thụ trong ống đo có chiều dài đường truyền 5 cm so với isooctan làm đối chứng. Độ hấp thụ dung dịch của cặn dung môi (trừ methyl alcol) không vượt quá 0,01/cm chiều dài đường truyền trong khoảng bước sóng 280 nm và 400 nm. Đối với methyl alcol, độ hấp thụ phải bằng 0.

- Isooctan (2,2,4 – trimethylpentan): Dùng 180 ml cho phép thử được miêu tả trong đoạn trước. Làm sạch nếu cần bằng cách cho qua cột chứa silica gel đã hoạt hoá (loại 12, Công ty hoá chất Davison, Baltimore, Maryland, hoặc tương đương) có chiều dài khoảng 90 cm và đường kính 5 – 8 cm.

- Benzen tinh khiết: Dùng 150 ml cho phép thử. Làm sạch nếu cần bằng chung cát hoặc bằng cách khác.

- Aceton tinh khiết: Dùng 200 ml cho phép thử. Làm sạch nếu cần bằng chung cát.

- Hỗn hợp rửa giải:

+ Benzen 10% trong isooctan: Dùng pipet lấy 50 ml benzen cho vào bình định mức có nắp đậy thủy tinh dung tích 500 ml, điều chỉnh đến thể tích 500 ml bằng isooctan và lắc đều.

+ Benzen 20% trong isooctan: Dùng pipet lấy 50 ml benzen cho vào bình định mức có nắp đậy thủy tinh dung tích 250 ml, điều chỉnh đến thể tích 250 ml bằng isooctan và lắc đều.

+ Hỗn hợp aceton – benzen – nước: Cho 20 ml nước vào 380 ml aceton và 200 ml benzen, và trộn đều.

- n – hexadecan, 99% không có olefin: Pha 1 ml n – hexadecan đến thể tích 25 ml bằng isooctan và đo độ hấp thụ trong ống đo 5 cm so với isooctan làm đối chứng ở giữa 280 – 400 nm. Độ hấp thụ trên một cm đường truyền không vượt quá 0. Làm sạch nếu cần bằng lọc thấm qua silicagel đã hoạt hoá hoặc bằng chung cát.

- Methyl alcol tinh khiết: Dùng 10,0 ml methyl alcol. Làm sạch nếu cần bằng chung cát.

- Dimethyl sulfoxid: tinh khiết, trong, màu trắng nước, nhiệt độ nóng chảy thấp nhất 18°C.

Pha 120 ml dimethyl sulfoxid với 240 ml nước cất trong phễu chiết dung tích 500 ml, lắc đều và để nguội trong 5 -10 phút. Thêm 40 ml isooctan vào dung dịch và chiết bằng cách lắc phễu mạnh trong 2 phút. Hút lớp nước phía dưới vào phễu chiết thứ hai có dung tích 500 ml và lặp lại quá trình tách với 40 ml isooctan. Hút và loại bỏ lớp tan trong nước. Rửa mỗi phần chiết được 40 ml ba lần bằng các phần 50 ml nước cất. Thời gian lắc cho mỗi lần rửa là 1 phút. Loại bỏ các lớp tan trong nước. Lọc phần chiết đầu tiên qua Na₂SO₄ khan đã được rửa bằng isooctan (xem Na₂SO₄ khan trong phần “Nguyên vật liệu và hoá chất” đối với chuẩn bị phễu lọc) vào trong bình tam giác hoặc bình cô tùy chọn. Rửa phễu chiết thứ nhất bằng phần chiết 40 ml isooctan thứ hai và lọc qua Na₂SO₄ vào trong bình. Sau đó rửa lần lượt phễu chiết thứ hai và thứ nhất bằng 10 ml isooctan, và cho dung môi qua Na₂SO₄ vào trong bình. Thêm 1 ml n – hexadecan và cô isooctan trên cách thủy có đuôi hơi bằng khí nitrogen. Ngưng cô khi không quá 1 ml cặn còn lại. Cho 10 ml isooctan vào cặn và lại cô tới khi còn 1 ml hexadecan. Lặp lại, cho 10 ml isooctan vào cặn và

cô tới 1ml hexadecan để đảm bảo loại bỏ hoàn toàn tất cả các chất bay hơi. Hoà tan 1 ml hexadecan trong isooctan vừa đủ 25 ml. Đo độ hấp thụ trong các ống đo có chiều dài đường truyền 5 cm so với isooctan là đối chứng.

Độ hấp thụ của dung dịch không được quá 0,02/cm chiều dài đường truyền trong dải 280 – 400 nm. (Chú ý: Việc khó đáp ứng đặc tính hấp thụ này có thể là do các tạp chất hữu cơ trong nước cất. Sự lặp lại của phép thử không có dimethyl sulfoxid sẽ phát hiện ra chúng. Nếu cần thiết để đáp ứng các đặc điểm kỹ thuật, làm sạch nước bằng chưng cất lại, cho chảy qua một loại nhựa trao đổi ion, hoặc bằng cách khác).

Làm sạch nếu cần thiết bằng cách sau: Cho 6 ml dung dịch H_3PO_4 và 50 g Norit A (carbon khử màu, kiềm) hoặc tương đương vào 1,5 lít dimethyl sulfoxid trong bình có nắp đậy thủy tinh dung tích 2 lít. Đậy nắp bình và dùng máy khuấy từ (thanh khuấy bọc polymer tetrafluoroethylen) khuấy dung môi trong 15 phút. Lọc dimethyl sulfoxid qua bốn lớp giấy có rãnh (18,5 cm) (Schleicher & Schuell số 597 hoặc tương đương). Nếu dịch lọc ban đầu chứa bột carbon, lọc lại theo giống cách trên cho đến khi dịch lọc thu được trong. Bảo quản sulfoxid tránh không khí và ẩm trong suốt quá trình này bằng cách phủ lên dung môi trong phễu và bình thu bằng một lớp isooctan. Chuyển phần lọc được vào phễu chiết dung tích 2 lít và hút ra dimethyl sulfoxid cho vào bình dung tích 2 lít của thiết bị chưng cất chân không và cất ở áp suất khoảng 3 mmHg hoặc thấp hơn. Loại bỏ phần phân đoạn 200 ml đầu của dung dịch chưng cất được và thay bình hứng dịch chưng cất được bằng một bình sạch. Tiếp tục chưng cất cho đến khi thu được khoảng 1 lít sulfoxid. Khi hoàn tất quá trình chưng cất, chất phản ứng cần phải được bảo quản trong các chai có nắp đậy thủy tinh vì nó dễ hút ẩm và phản ứng với một số dụng cụ chứa bằng kim loại khi có mặt của không khí.

- H_3PO_4 tinh khiết 85%

- Natri borohydrid 98%

- MgO (Sea Sorb 43, Công ty thiết bị thực phẩm, chi nhánh Westvaco, được phân phối bởi các hãng hoá chất, hoặc tương đương): Cho 100 g MgO vào một cốc lớn, thêm vào 700 ml nước cất tạo thành một chất sền sệt loãng, gia nhiệt trên cách thủy trong 30 phút và thỉnh thoảng khuấy. Lúc đầu khuấy đều đảm bảo tất cả các cấu tử MgO đều được thấm nước. Sử dụng phễu Buchner và giấy lọc có đường kính phù hợp, lọc hút. Tiếp tục lọc hút cho đến khi nước không còn chảy nhỏ giọt từ phễu nữa. Chuyển chất hấp thụ sang một máng thủy tinh được lót bằng lá nhôm (đã loại hết dầu chống dính). Làm vỡ magnesi bằng thìa sạch và trải chất hấp thụ này trên tấm lá nhôm một lớp dày 1 – 2 cm. Sấy ở $160 \pm 1^\circ C$ trong 24 giờ. Giã nhỏ magnesi bằng cối giã và chày. Rây chất hấp thụ được giã qua kích thước rây 60 – 180 mesh. Dùng magnesi còn lại trên rây 180 mesh.

- Celite 545 (Công ty Johns – Manville, đất tảo cát, hoặc tương đương)

- Hỗn hợp MgO – Celite 545 (2 + 1) theo khối lượng: Cho 2 phần MgO (60 – 180 mesh) và 1 phần Celite 545 theo khối lượng lần lượt vào bình thủy tinh có nắp đậy đủ lớn để trộn cho phù hợp. Lắc mạnh trong 10 phút. Chuyển hỗn hợp sang một máng thủy tinh được lót bằng lá nhôm (đã loại hết dầu chống dính) và trải hỗn hợp trên tấm lá nhôm một lớp dày 1 – 2 cm. Lại gia nhiệt hỗn hợp ở $160 \pm 1^\circ C$ trong 2 giờ và bảo quản trong bình đã được đậy chặt.

- Na_2SO_4 khan, tinh khiết, tốt nhất dùng ở dạng hạt: Đối với mỗi bình chứa

Na_2SO_4 tinh khiết được sử dụng, thiết lập như sau, rửa trước Na_2SO_4 cần thiết để cung cấp các bộ lọc như yêu cầu trong phương pháp: Cho khoảng 35 g Na_2SO_4 khan vào trong phễu thủy xốp thô có dung tích 30 ml hoặc phễu lọc dung tích 65 ml có chốt bông thủy tinh; rửa lần lượt các phần 15 ml dung môi chỉ định cho đến khi phần rửa 15 ml có độ hấp thụ bằng 0/cm chiều dài đường truyền tại bước sóng 280 – 400 nm khi được đo như mô tả trong phần “Dung môi hữu cơ”. Thường dùng 3 phần của dung môi rửa là đủ.

Cách tiến hành:

Trước khi thực hiện phân tích mẫu, đo độ hấp thụ trong ống đo có chiều dài đường truyền 5 cm tại dải bước sóng 250 – 400 nm đối với mẫu trắng bằng cách thực hiện cách tiến hành, không có mẫu sáp, ở nhiệt độ phòng, ghi phổ sau giai đoạn chiết và sau khi hoàn thành cách tiến hành như mô tả. Độ hấp thụ trên 1 cm chiều dài đường truyền sau giai đoạn chiết không được quá 0,04 tại khoảng bước sóng 250 – 400 nm; Độ hấp thụ trên 1 cm chiều dài đường truyền sau hoàn thành cách tiến hành không được quá 0,07 tại khoảng bước sóng 250 – 299 nm, và cũng không vượt quá 0,045 tại khoảng bước sóng 300 – 400 nm. Nếu trong cả hai phổ xuất hiện pic của benzen đặc trưng trong vùng 250 – 260 nm, loại bỏ benzen bằng cách tiến hành trong phần “Dung môi hữu cơ” và ghi lại độ hấp thụ.

Cho 300 ml dimethyl sulfoxid vào trong phễu chiết dung tích 1 lít và thêm vào 75 ml H_3PO_4 . Lắc đều các thành phần trong phễu và để yên trong 10 phút. (Phản ứng giữa sulfoxid và acid toả nhiệt. Xả áp sau khi lắc, sau đó đóng nắp phễu lại). Thêm vào 150 ml isooctan và lắc đều các dung môi. Hút ra từng lớp riêng biệt và giữ trong các bình thủy tinh có nắp đậy.

Cho 1 kg mẫu đại diện của sáp, hoặc nếu lượng này không có đủ thì cho toàn bộ mẫu vào trong một cốc có dung tích gấp khoảng ba lần thể tích của mẫu và gia nhiệt trên cách thủy sôi, thỉnh thoảng khuấy cho đến khi sáp nóng chảy hoàn toàn và đồng nhất. Cân bốn phần $25 \pm 0,2$ g sáp nóng chảy cho vào các cốc dung tích 100 ml riêng biệt. Dự trữ ba trong bốn phần để phân tích lặp sau nếu cần. Đổ một phần mẫu đã biết khối lượng ngay sau khi nóng chảy lại trên cách thủy sôi vào phễu chiết dung tích 500 ml có chứa 100 ml hỗn hợp sulfoxid và H_3PO_4 đã cân bằng trước, gia nhiệt trong áo nhiệt ở nhiệt độ vừa đủ cao để làm nóng chảy sáp. (Chú ý: Trong quá trình gia nhiệt trước hỗn hợp sulfoxid và acid, định kỳ mở nắp đậy của phễu chiết để giảm áp suất).

Nhanh chóng hoàn thành việc chuyển mẫu vào phễu trong áo gia nhiệt với các phần isooctan cân bằng trước, làm ấm cốc nếu cần thiết, và sử dụng tổng thể tích 50 ml dung môi. Nếu sáp tách ra khỏi dung dịch trong toàn bộ cách làm này, để phễu chiết đóng nắp ở trong áo gia nhiệt cho đến khi sáp tan lại hoàn toàn. (Định kỳ mở nắp đậy của phễu chiết để giảm áp suất).

Khi sáp chảy tan thành dung dịch, lấy phễu chiết ra khỏi áo gia nhiệt và lắc mạnh trong 2 phút. Chuẩn bị sẵn 3 phễu chiết dung tích 250 ml với mỗi phễu chứa 30 ml dung môi isooctan đã cân bằng trước. Sau khi tách pha lỏng, để nguội cho đến khi phần chủ yếu của dung dịch sáp – isooctan bắt đầu hình thành kết tủa. Lắc xoáy nhẹ phễu chiết khi kết tủa lúc đầu xuất hiện ở thành trong của phễu chiết nhằm làm tăng nhanh hơn quá trình này.

Lấy cẩn thận lớp phía dưới, lọc chậm qua lớp bông thủy tinh mỏng vừa đặt lỏng trong phễu lọc vào trong phễu chiết thứ nhất dung tích 250 ml, rửa lần lượt bằng các phần 30 ml isooctan chứa trong các phễu chiết

dung tích 250 ml còn lại. Thời gian lắc đối với mỗi lần rửa là 1 phút. Lặp lại quá trình chiết bằng cách thêm hai phần hỗn hợp sulfoxid và acid, thay phễu trong áo gia nhiệt sau mỗi lần chiết để đảm bảo sáp tan trong dung dịch và rửa lần lượt mỗi phần chiết thu được bằng ba phần isooctan giống nhau.

Tập trung các phần chiết thu được (tổng thể tích 300 ml) cho vào phễu chiết (tốt nhất dùng loại phễu có dung tích 2 lít) có chứa 480 ml nước cất, lắc và để nguội trong một vài phút sau khi phần chiết thu được cuối cùng được thêm vào. Thêm 80 ml isooctan vào dung dịch và chiết bằng cách lắc mạnh phễu trong 2 phút. Rút ra lớp tan trong nước ở phía dưới trong phễu chiết thứ hai (tốt nhất dùng loại 2 lít) và lặp lại quá trình chiết bằng 80 ml isooctan. Rút ra và loại bỏ lớp tan trong nước. Rửa mỗi phần chiết thu được 80 ml ba lần với các phần 100 ml nước cất. Thời gian lắc cho mỗi lần rửa là 1 phút. Loại bỏ các lớp tan trong nước. Lọc phần chiết thứ nhất qua Na_2SO_4 khan được rửa trước bằng isooctan (xem Na_2SO_4 trong phần "Nguyên vật liệu và hoá chất" đối với chuẩn bị phễu lọc) vào trong bình tam giác (hoặc bình cổ tùy chọn). Rửa phễu chiết thứ nhất bằng phần chiết 80 ml isooctan thứ hai và cho qua Na_2SO_4 . Sau đó rửa lần lượt phễu chiết thứ hai và thứ nhất bằng một phần 20 ml isooctan và cho dung môi qua Na_2SO_4 vào trong bình. Thêm 1 ml n – hexadecan và cô isooctan trong cách thủy có thổi khí nitrogen. Ngừng cô khi còn lại không quá 1 ml cặn. Thêm 10 ml isooctan vào phần cặn, cô lại tới 1 ml hexadecan và lặp lại quá trình này một lần nữa.

Chuyển toàn lượng phần cặn trong isooctan vào bình định mức dung tích 25 ml, định mức tới thể tích 25 ml và lắc đều. Đo độ hấp thụ của dung dịch trong các ống đo có chiều dài đường truyền 5 cm so với isooctan là đối chứng tại dải bước sóng 280 – 400 nm (cần thận không để mất dung dịch trong quá trình đổ mẫu đầy ống đo).

Hiệu chỉnh các giá trị độ hấp thụ đối với bất kỳ độ hấp thụ nào có nguồn gốc từ hoá chất được xác định bởi tiến hành cách làm không có mẫu sáp. Nếu độ hấp thụ không vượt quá giới hạn được mô tả tại Các đặc tính kỹ thuật, sáp đáp ứng các đặc tính kỹ thuật về hấp thụ tia cực tím. Nếu độ hấp thụ hiệu chỉnh trên mỗi cm chiều dài đường truyền vượt quá giới hạn quy định tại Các đặc tính kỹ thuật, tiến hành như sau:

Chuyển toàn lượng dung dịch isooctan vào bình được lắp khớp nối 24/40 dung tích 125 ml và cô isooctan trong chậu cách thủy dưới dòng nitrogen tới thể tích 1 ml hexadecan. Thêm 10 ml methyl alcol và khoảng 0,3 g natri borohydrid (Giảm thiểu tiếp xúc borohydrid với bầu khí quyển. Một dụng cụ nhúng đo có thể được sử dụng). Ngay lập tức, ráp bình với một sinh hàn làm nguội bằng nước được gá lắp một khớp nối 24/40 và ống làm khô dẫn vào trong bình, khuấy cho đến khi borohydrid tan, để yên trong 30 phút ở nhiệt độ phòng, thỉnh thoảng lắc xoáy. Tại điểm kết thúc của giai đoạn này, tháo bình và cô methyl alcol trong cách thủy có thổi khí nitrogen cho đến khi natri borohydrid bắt đầu tách ra khỏi dung dịch. Sau đó thêm 10 ml isooctan và cô tới thể tích còn lại khoảng 2 – 3 ml. Lặp lại, cho 10 ml isooctan và cô đến thể tích khoảng 5 ml. Lắc xoáy bình lặp lại nhiều lần để đảm bảo đủ rửa cặn natri borohydrid.

Lắp đĩa polymer tetrafluoroethylen lên phần trên của thân cột sắc ký, sau đó để cột sắc ký với đĩa trên bình hút và hút chân không (áp suất khoảng 135 mmHg). Cân 14 g hỗn hợp magnesi oxyd và Celite 545 (tỷ lệ 2/1) và đổ hỗn hợp chất hấp phụ vào trong cột sắc ký với các lớp dày khoảng 3 cm. Sau khi thêm vào mỗi lớp, san bằng phần trên của chất hấp phụ bằng thanh kính phẳng hoặc pittông kim loại bằng cách nhấn xuống thật chắc

cho đến khi chất hấp thụ được nhồi vào. Nới lỏng vài ml trên cùng của mỗi lớp hấp phụ bằng thanh kim loại trước khi bổ sung lớp kế tiếp. Tiếp tục nhồi theo cách này cho đến khi tất cả 14 g chất hấp phụ được cho vào cột. San bằng phần đầu của chất hấp phụ bằng thanh kính phẳng hoặc pittông kim loại bằng cách nhấn xuống thật chắc để tạo ra độ sâu của lớp chất hấp phụ khoảng 12,5 cm. Tắt chân không và khoá bình hút. Nối bình nhận dung tích 500 ml vào bên trên cột sắc ký và làm ẩm cột trước bằng cách cho 100 ml isooctan qua cột. Điều chỉnh áp suất khí nitrogen để tốc độ hạ xuống của isooctan ra ngoài cột là 2 – 3 ml/phút. Ngưng áp lực ngay trước khi isooctan cuối cùng đạt đến mức của chất hấp phụ. (Chú ý: Không cho phép mức chất lỏng rút dưới mức hấp phụ bất cứ khi nào).

Tháo bình chứa ra và gạn 5 ml dung dịch isooctan đậm đặc vào cột và lại sử dụng áp lực nhẹ đẩy chất lỏng rút xuống chỉ trên mức chất hấp phụ. Nhanh chóng hoàn thành việc chuyển tương tự với hai phần 5 ml isooctan, lắc xoáy bình nhiều lần mỗi lần để đảm bảo đủ rửa cặn. Ngay trước khi rửa 5 ml cuối cùng đạt đến đỉnh của chất hấp phụ, thêm 100 ml isooctan vào bình nhận và tiếp tục thấm qua với tốc độ 2 – 3 ml/phút. Ngay trước khi isooctan cuối cùng đạt đến mức độ hấp phụ, thêm 100 ml dung dịch benzen 10% trong isooctan vào bình nhận và tiếp tục thấm qua với tốc độ đề cập ở trên. Ngay trước khi hỗn hợp dung môi đạt đến mức chất hấp phụ, thêm 25 ml dung dịch benzen 20% trong isooctan vào bình nhận và tiếp tục cho thấm qua với tốc độ 2 - 3 ml/phút cho đến khi tất cả hỗn hợp dung môi này đã được loại bỏ ra khỏi cột. Loại bỏ tất cả dung môi rửa giải thu được đến thời điểm này. Thêm 300 ml hỗn hợp acetone – benzen – nước vào bình nhận và cho thấm qua cột để rửa giải các hợp chất đa vòng. Thu thập các phần rửa giải vào trong một phễu chiết sạch dung tích 1 l. Để cột cháy cho đến khi hầu hết các hỗn hợp dung môi được lấy ra. Rửa phần dịch rửa giải ba lần với các phần 300 ml nước cất, lắc đều cho mỗi lần rửa. (Việc bổ sung một lượng nhỏ NaCl tạo điều kiện cho quá trình phân tách). Loại bỏ lớp dung dịch nước sau mỗi lần rửa. Sau khi tách lần cuối cùng, lọc benzen dư qua Na_2SO_4 khan được rửa trước bằng benzen (xem Na_2SO_4 trong phần “Nguyên vật liệu và hoá chất” đối với chuẩn bị phễu lọc) vào trong bình tam giác dung tích 250 ml (hoặc vào trong bình cô tùy chọn). Rửa phễu chiết 2 lần nữa, mỗi lần với 20 ml benzen cũng đã được lọc qua Na_2SO_4 . Thêm 1 ml n – hexadecan và loại hoàn toàn benzen bằng cách cô dưới dòng nitrogen, sử dụng cách tiến hành đặc biệt để loại benzen như mô tả ở phần trước ở mục “Dung môi hữu cơ”.

Chuyển toàn lượng cặn với isooctan vào bình định mức dung tích 25 ml và điều chỉnh đến thể tích 25 ml. Đo độ hấp thụ của dung dịch trong các ống đo có chiều dài đường truyền 5 cm so với isooctan là đối chứng ở khoảng bước sóng 250 – 400 nm. Hiệu chỉnh với bất kỳ độ hấp thụ nào xuất phát từ các hoá chất như xác định bằng cách thực hiện không có mẫu sấp. Nếu quang phổ cho thấy các pic benzen đặc trưng trong vùng 250 - 260 nm, cô dung dịch để loại bỏ benzen theo cách tiến hành trong phần “Dung môi hữu cơ”. Hòa tan cặn, chuyển toàn lượng và điều chỉnh thể tích đến thể tích 25 ml trong bình định mức bằng isooctan. Ghi độ hấp thụ một lần nữa. Nếu độ hấp thụ đã hiệu chỉnh không vượt quá giới hạn được mô tả trong phần Các đặc tính kỹ thuật, chỉ tiêu sấp đáp ứng kỹ thuật về hấp thụ tia cực tím.

Phụ lục

Phổ hồng ngoại

Sáp vi tinh thể

