

Cân chất rắn

Chất rắn có 2 dạng: Dạng khối lượng lớn có bột hay không có bột trên bề mặt và dạng bột mịn hay những tinh thể nhỏ. Khi cân chất rắn có khối lượng lớn và có bột trên bề mặt, dùng giấy cân để bảo vệ cân, còn không có bột trên bề mặt, trơ, có thể đặt trực tiếp lên đĩa cân (ví dụ: viên bao).

Mẫu chất rắn phải lấy bằng kẹp gấp, không lấy bằng tay.

Hiện tượng tích điện:

Dạng bột mịn có xu hướng tích điện, làm các tiểu phân bay xung quanh. Hiện tượng này phải được loại bỏ trước khi cân. Có thể dùng thiết bị chống tích điện để làm giảm đến mức tối thiểu vấn đề này.

Hiện tượng tích điện phụ thuộc vào độ ẩm tương đối của phòng thí nghiệm. Trong điều kiện nào đó, có thể sự tích điện được tạo ra bởi loại quần áo mà người thao tác cân đang mặc. Điện tích này khi phóng điện gây những sai số lớn về khối lượng.

Quy trình cân:

Đặt dụng cụ chứa mẫu lên đĩa cân, đóng cửa buồng cân và cân theo chỉ dẫn “Các phương pháp cân”. Cần thận trọng thêm mẫu cân dạng bột bằng một thìa xúc vào dụng cụ chứa cho tới khi đạt lượng mong muốn. Thao tác cẩn thận để tránh rơi vãi ra ngoài. Đóng cửa buồng cân và ghi khối lượng mẫu cân ngay khi cân ổn định.

Sự rơi vãi:

Nếu chất rắn bị rơi vãi ra ngoài, lấy dụng cụ chứa ra, loại bỏ hoàn toàn các chất liệu rơi đổ trên cân, làm sạch bên trong, bên ngoài buồng cân, bàn cân, tránh để người sau tiếp xúc với các chất liệu rơi vãi.

(Chú ý: Không cho trở lại lọ chứa mẫu các mẫu cân dư).

Cân chất lỏng

Chất lỏng có thể bay hơi hoặc không bay hơi và nhớt hoặc không nhớt. Mỗi loại có những chú ý riêng biệt.

Cân theo hướng dẫn “Các phương pháp cân”, chú ý thêm các phần sau:

Chất lỏng luôn luôn được cân vào đồ đựng (chứa) có nắp để tránh sự bay hơi. Tốt nhất chất lỏng nên được cho vào bình cân ở bên ngoài cân để tránh đổ tràn trên cân.

(Chú ý: Chất lỏng đổ tràn trong buồng cân có thể gây những hư hỏng nghiêm trọng cho cân và khó lau chùi sạch).

Chất lỏng không nhớt có thể được lấy bằng một pipet Pasteur có gắn một quả bóp cao su nhỏ như ống nhỏ giọt. Chất lỏng được rót vào bình, đậy nắp và đặt lên cân.

Một lượng nhỏ chất lỏng nhớt có thể được lấy bằng cách chạm một đầu thủy tinh tới bề mặt chất lỏng rồi cẩn thận chạm que này tới thành bình cân mẫu để một ít chất lỏng được chuyển qua.

Cân các chất liệu ăn mòn

Nhiều hóa chất có tính ăn mòn, như các muối. Các chất liệu có tính ăn mòn không nên để rơi đổ trên đĩa cân hoặc bên trong buồng cân. Cần thận trọng khi cân các chất liệu này.

Kết luận

Thực hiện chặt chẽ theo các quy trình chỉ dẫn trên, nhân

viên phòng thí nghiệm có thể loại bỏ nhiều sai số trong quá trình tiến hành cân. Tuy nhiên, phải có cán bộ kỹ thuật có chuyên môn bảo trì và hiệu chuẩn cân định kỳ. Phải dùng các quả cân chuẩn đã được liên kết với chuẩn quốc gia. Điều này là rất quan trọng.

3.2 NHIỆT KẾ

Các thiết bị đo nhiệt độ thích hợp cho các thử nghiệm trong Bộ tiêu chuẩn quốc gia về thuốc phải đạt các yêu cầu kỹ thuật trong hệ thống nhiệt kế chuẩn quốc gia.

Các thiết bị đo nhiệt độ có thể là nhiệt kế thủy tinh - chất lỏng, nhiệt kế hiển số hoặc nhiệt kế đồng hồ.

Nhiệt kế hiển số hoặc nhiệt kế đồng hồ gồm một đầu dò nhiệt độ. Đầu dò được gắn với một đồng hồ đo có khả năng chuyển tín hiệu ôm hoặc milivôn sang đại lượng nhiệt độ. Phần đầu dò nhiệt độ được nhúng ngập trong môi trường cần đo được làm bằng chất liệu trơ.

Việc chuẩn hóa nhiệt kế được thực hiện định kỳ theo tần suất xác định nối với thang nhiệt độ chuẩn quốc gia. Cần chú ý điều kiện, thiết bị cụ thể được sử dụng để chọn thiết bị đo nhiệt độ phù hợp.

Các nhiệt kế thủy tinh - chất lỏng được chuẩn hóa theo 3 cách: Nhúng sâu toàn phần, nhúng từng phần hoặc nhúng sâu hoàn toàn. Vì vậy khi sử dụng các nhiệt kế này cần tuân thủ theo điều kiện đã được chuẩn hóa. Việc chuẩn hóa các nhiệt kế được thực hiện định kỳ theo tần suất xác định nối với thang nhiệt độ chuẩn quốc gia.

Việc chuẩn hóa nhiệt kế thủy tinh - chất lỏng loại nhúng sâu toàn phần được thực hiện bằng cách nhúng sâu nhiệt kế vào môi trường đo tới phần trên của cột chất lỏng, phần còn lại của thân nhiệt kế ở nhiệt độ phòng.

Việc chuẩn hóa nhiệt kế thủy tinh - chất lỏng loại nhúng từng phần được thực hiện bằng cách nhúng nhiệt kế ở một độ sâu cố định, phần thân nhiệt kế còn lại ở nhiệt độ phòng. Loại nhiệt kế này được khắc vạch quy định độ sâu được nhúng trong môi trường đo nhiệt độ.

Việc chuẩn hóa nhiệt kế thủy tinh - chất lỏng loại nhúng sâu hoàn toàn được thực hiện bằng cách cho toàn bộ nhiệt kế vào môi trường cần đo nhiệt độ.

Nếu cần sử dụng trong những điều kiện khác với điều kiện chuẩn hóa thì cần phải hiệu chỉnh để có giá trị đo đúng.

3.3 DỤNG CỤ ĐO THỂ TÍCH

Hầu hết các dụng cụ đo thể tích dùng trong phân tích được chuẩn hóa dung tích ở 20 °C, mặc dù nhiệt độ phòng thí nghiệm và nhiệt độ quy định cho các phép thử và định lượng thường là 25 °C. Sự khác nhau này không quan trọng, miễn là nhiệt độ phòng thí nghiệm tương đối hằng định. Khi cần tiến hành thử nghiệm đúng ở 20 °C thì yêu cầu này được ghi trong chuyên luận riêng.

Để giảm thiểu sai số phép đo thể tích, dụng cụ đo thể tích, nguyên vật liệu và dung môi dùng pha chế dung dịch, khu vực pha chế và việc điều chỉnh thể tích cuối cùng phải được duy trì ở cùng một nhiệt độ.

Để đạt được độ chính xác yêu cầu trong nhiều phương pháp định lượng có các phép đo thể tích chính xác, cần lựa chọn và dùng các dụng cụ đo thể tích thích hợp. Chọn kích cỡ của buret phù hợp sao cho thể tích dung dịch chuẩn độ không ít hơn 30 % thể tích danh định của buret. Muốn đo thể tích một dung dịch chuẩn độ dưới 10 ml thì phải dùng buret 10 ml hoặc microburet.

Dung sai thể tích đối với các loại bình định mức, các pipet chính xác có bầu, pipet chia độ và các buret là dung sai đã được Tổ chức Tiêu chuẩn hóa quốc tế (ISO) thừa nhận và được ghi trong các bảng kèm theo dưới đây.

Khi sử dụng các pipet chính xác có bầu và pipet chia độ được chuẩn hóa theo kiểu đổ ra “TD” (to deliver) phải giữ pipet thẳng đứng và đầu pipet phải chạm vào thành bình hứng rồi cho chất lỏng chảy ra.

Các số đọc thể tích trên buret phải được lượng giá tới 0,01 ml đối với buret 25 ml và 50 ml, và tới 0,005 ml đối với buret 5 ml và 10 ml.

Trong các trường hợp đặc biệt như đo thể tích chất lỏng nhớt như sirô, dùng pipet được chuẩn hóa theo kiểu đổ vào “TC” (to contain) hoặc bình định mức. Sau khi đã đổ chất lỏng ra, phải rửa sạch thành trong của dụng cụ và gộp nước rửa vào phần chất lỏng đã lấy.

Bình định mức

Dung tích (ml)	Sai số cho phép (ml)
5	± 0,025
10	± 0,025
25	± 0,04
50	± 0,06
100	± 0,10
200	± 0,15
250	± 0,15
500	± 0,25
1000	± 0,40
2000	± 0,60

Pipet chính xác có bầu (kiểu đổ ra)

Dung tích (ml)	Sai số cho phép (ml)
0,5	± 0,005
1	± 0,007
2	± 0,01
5	± 0,015
10	± 0,02
20	± 0,03
25	± 0,03
50	± 0,05
100	± 0,08
200	± 0,10

Pipet chia độ

Dung tích (ml)	Sai số cho phép (ml)
1	± 0,006
2	± 0,01
5	± 0,03
10	± 0,05
25	± 0,1

Buret

Thể tích xác định (ml)	Phân độ (ml)	Sai số cho phép (ml)
10 (micro buret)	0,02	± 0,02
25	0,10	± 0,03
50	0,10	± 0,05

3.4 PHẪU LỌC THỦY TINH XÓP

Bảng 3.4.1 - Đường kính lỗ xóp của phễu lọc thủy tinh xóp

Đường kính lỗ xóp (µm)	Cách dùng chính
Nhỏ hơn 2,5	Lọc vi khuẩn
4 đến 10	Lọc cực mịn, phân tách các vi sinh vật có đường kính lớn.
10 đến 40	Lọc dùng trong phân tích, lọc thủy ngân rất mịn, phân tán rất nhỏ các khí.
40 đến 100	Lọc mịn, lọc thủy ngân, phân tán nhỏ các khí.
100 đến 160	Lọc các chất thô, phân tán và rửa khí, làm giá lọc cho các vật liệu lọc khác.
160 đến 500	Lọc các chất rất thô, phân tán và rửa khí.

Bảng 3.4.2 - Bảng so sánh độ xóp của các phễu lọc xóp

Số độ xóp	Đường kính tối đa của các lỗ xóp (µm)	Đức	Pháp	Anh
1,6	dưới 1,6	5f	-	-
-	1 đến 2,5	5	-	5
4	1,6 đến 4	-	-	-
-	4 đến 6	-	5	-
10	4 đến 10	4f	-	4
16	10 đến 16	4	4	-
40	16 đến 40	3	3	3
-	40 đến 50	-	-	2
100	40 đến 100	2	2	-
-	100 đến 120	-	-	1
160	100 đến 160	1	1	-
-	150 đến 200	0	0	-
250	160 đến 250	-	-	-
-	200 đến 500	-	00	-

(Những giới hạn chỉ dẫn là gần đúng)