

Trong phép tính này, đã chấp nhận giả thiết có sự tương quan tuyến tính giữa độ thấm thấu và nồng độ dung dịch. Bởi vậy, khi có bước pha loãng, cần phải chỉ rõ độ pha loãng là n lần.

6.10 XÁC ĐỊNH ĐIỆN DẪN SUẤT

Điện dẫn suất (còn gọi là Độ dẫn điện riêng) là giá trị nghịch đảo của điện trở suất.

Một dây dẫn có độ dài L (cm) và thiết diện S (cm²) thì điện trở của nó được tính theo công thức:

$$R = \rho \frac{L}{S}$$

Trong đó:

ρ là điện trở suất.

Đơn vị của điện trở R là ôhm (Ω), của điện trở suất ρ là ôhm·cm ($\Omega\cdot\text{cm}$).

Đơn vị của độ dẫn điện là simen (S). Simen là nghịch đảo của ôhm: $1\text{ S} = 1/\Omega$.

Điện dẫn suất là nghịch đảo của ρ , có thứ nguyên là $\Omega^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ hoặc S/cm ($\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$).

Điện dẫn suất κ (kappa) của một dung dịch được biểu thị bằng độ dẫn điện của một lớp dung dịch giữa 2 mặt đối nhau của một khối lập phương có cạnh 1 cm.

$$\kappa = \frac{1}{\rho} (\text{S}\cdot\text{cm}^{-1})$$

Ngoài đơn vị simen trên centimét, $\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$, điện dẫn suất κ còn được biểu thị bằng microsimen trên centimét, $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Nếu không có chỉ dẫn riêng, nhiệt độ để xác định κ là 25 °C. Thiết bị và cách tiến hành mô tả dưới đây được áp dụng để đo các mẫu có điện dẫn suất lớn hơn 10 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Việc đo điện dẫn suất của nước được đề cập trong các chuyên luận tương ứng.

Thiết bị

Thiết bị đo (là độ dẫn điện kế hay điện trở kế) được dùng để đo điện trở của cột chất lỏng giữa các điện cực của tế bào đo được nhúng trong chất lỏng cần đo. Thiết bị này dùng dòng điện xoay chiều để tránh ảnh hưởng của sự phân cực tại điện cực và được trang bị một đầu dò nhiệt độ và bộ phận bù chính nhiệt độ. Tế bào đo gồm hai điện cực platin song song được phủ lớp bột đen platin, cách nhau một khoảng cách L ; mỗi điện cực có diện tích bề mặt S . Cả hai điện cực được bảo vệ bằng một ống thủy tinh.

Một số loại tế bào đo khác với mô tả trên cũng có thể được sử dụng.

Hằng số C của tế bào đo được biểu thị bằng cm^{-1} theo phương trình:

$$C = \alpha \frac{L}{S}$$

Trong đó:

α là hệ số không có thứ nguyên, đặc trưng cho thiết kế của tế bào.

Thuốc thử dùng để xác định hằng số tế bào

Chuẩn bị 3 dung dịch chuẩn kali clorid có chứa lần lượt 0,7455 g, 0,0746 g và 0,0149 g kali clorid (TT) trong 1000 g dung dịch, dùng nước không có carbon dioxyd (TT) được điều chế từ nước cất có điện dẫn suất không quá 2 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Điện dẫn suất và điện trở suất của 3 dung dịch này ở 20 °C cho trong Bảng 6.10.

Bảng 6.10 - Điện dẫn suất và điện trở suất của các dung dịch kali clorid

Nồng độ (g/1000 g)	Điện dẫn suất ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	Điện trở suất ($\Omega\cdot\text{cm}$)
0,7455	1330	752
0,0746	133,0	7519
0,0149	26,6	37.594

Nếu điện dẫn suất được xác định ở nhiệt độ khác 20 °C, dùng phương trình sau để hiệu chỉnh điện dẫn suất của các dung dịch kali clorid cho trong bảng 6.10. Phương trình này chỉ có giá trị khi nhiệt độ trong khoảng 15 °C đến 25 °C

$$\kappa_T = \kappa_{20} [1 + 0,021(T - 20)]$$

Trong đó:

T là nhiệt độ quy định trong chuyên luận;

κ_T là điện dẫn suất của kali clorid ở T °C;

κ_{20} là điện dẫn suất của kali clorid ở 20 °C.

Cũng có thể sử dụng những dung dịch chuẩn khác được xác nhận cung cấp trên thị trường, nhất là đối với các tế bào đo có hằng số 0,1 cm^{-1} .

Cách tiến hành

Xác định hằng số tế bào

Chọn một tế bào đo thích hợp với tính chất và độ dẫn điện của dung dịch thử.

Điện dẫn suất của dung dịch cần đo càng cao thì cần chọn tế bào đo có hằng số C càng cao (có p thấp) để giá trị R đo được càng lớn càng tốt đối với máy đo. Các tế bào đo thường dùng có hằng số theo thứ tự là 0,1 cm^{-1} ; 1 cm^{-1} và 10 cm^{-1} .

Dùng một dung dịch chuẩn, ví dụ, dung dịch kali clorid nồng độ thích hợp, để xác định hằng số tế bào. Nên chọn dung dịch chuẩn có điện dẫn suất gần với giá trị điện dẫn suất dự kiến của dung dịch cần đo. Rửa tế bào vài lần với nước cất và ít nhất hai lần với dung dịch chuẩn kali clorid trên. Đo điện trở của tế bào với dung dịch kali clorid ở nhiệt độ 25 °C $\pm$ 1 °C, hoặc ở nhiệt độ quy định trong chuyên luận. Hằng số C (cm^{-1}) của tế bào đo được tính bởi công thức sau:

$$C = R_{\text{KCl}} \times \kappa_{\text{KCl}}$$

Trong đó:

R_{KCl} là điện trở đo được của dung dịch chuẩn kali clorid tính bằng mega ôhm (M Ω);

κ_{KCl} là điện dẫn suất của dung dịch chuẩn kali clorid tính bằng $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$;

Hằng số C đo được của tế bào phải nằm trong khoảng $\pm$ 5 % của giá trị đã cho.

Xác định điện dẫn suất của dung dịch thử

Sau khi hiệu chuẩn máy với một trong số các dung dịch chuẩn, rửa tế bào đo vài lần với nước cất và ít nhất hai lần với dung dịch mẫu thử ở $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, hoặc ở nhiệt độ quy định trong chuyên luận. Tiến hành tiếp theo các phép đo điện trở như quy định trong chuyên luận; từ điện trở đo được và hằng số tế bào xác định được ở trên, tính ra điện dẫn suất của dung dịch mẫu thử.

6.11 XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG RIÊNG CỦA CHẤT RẮN

Khối lượng riêng có liên quan đến sự phân bố không gian của chất trong một nguyên liệu.

Khối lượng riêng của chất rắn thường được biểu thị bằng số g/cm^3 , khác với chất lỏng, khối lượng riêng thường được biểu thị bằng g/ml ở một nhiệt độ quy định.

Khối lượng riêng của một tiểu phân chất rắn có thể có các giá trị khác nhau phụ thuộc vào phương pháp đo thể tích tiểu phân đó. Cần phân biệt ba loại khối lượng riêng khác nhau: *Khối lượng riêng thực* của một chất là khối lượng trung bình tính trên một đơn vị thể tích, không tính đến tất cả các khoảng trống không có vai trò cơ bản trong việc sắp xếp các phân tử. Đó là một đặc tính bên trong của chất, bởi vậy nó không phụ thuộc vào phương pháp xác định. Khối lượng riêng thực của một tinh thể hoàn chỉnh có thể được xác định từ kích thước và cấu trúc của đơn vị cấu tạo.

Khối lượng riêng đo bằng picnomet được đo bằng picnomet sử dụng khí. Đó là một phép đo khối lượng riêng thuận tiện đối với các bột dược phẩm. Trong một picnomet khí, thể tích bị chiếm chỗ bởi một khối lượng bột đã biết được xác định bằng cách đo thể tích của khí được thay thế vào chỗ của bột. Tỷ số giữa khối lượng và thể tích là khối lượng riêng đo bằng picnomet.

Khối lượng riêng đo bằng picnomet bằng khối lượng riêng thực trừ khi nguyên liệu có chứa những khoảng trống mà chất khí không thể thâm nhập vào được hoặc các lỗ hổng bị bịt kín mà khí dùng trong phương pháp này không thể lọt vào được.

Khối lượng riêng hạt tính cả những lỗ hổng nhỏ hơn một kích cỡ giới hạn vào thể tích của tiểu phân. Giới hạn kích cỡ phụ thuộc vào phương pháp đo. Một kỹ thuật đo chung là đo độ xốp bằng thủy ngân, tại đó kích cỡ lỗ giới hạn phụ thuộc vào áp suất khuếch tán tối đa. Vì thể tích lỗ hổng được tính thêm vào, nên khối lượng riêng hạt không bao giờ lớn hơn khối lượng riêng thực.

Một khái niệm có liên quan là *khối lượng riêng khí động lực*, đó là khối lượng riêng của tiểu phân với một thể tích được xác định bằng sự bao bọc tiểu phân bằng khí động lực trong một dòng chảy. Cả hai loại lỗ hổng kín và hở đều được tính đến nhưng các lỗ hở được làm đầy bằng chất lỏng tràn vào. Bởi vậy, khối lượng riêng khí động lực phụ thuộc vào khối lượng riêng của chất lỏng dùng trong phép thử nếu tiểu phân là xốp.

Tóm lại, khối lượng riêng đo bằng picnomet khí và khối lượng riêng thực đều chỉ khối lượng riêng, nếu cần có thể phân biệt dựa vào phương pháp đo.

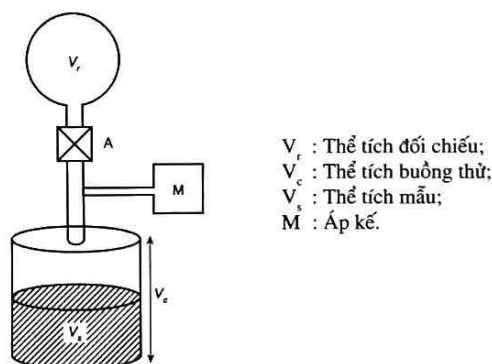
Khối lượng riêng của một nguyên liệu phụ thuộc vào trạng thái tập hợp phân tử. Đối với chất khí và chất lỏng, khối lượng riêng chỉ phụ thuộc vào nhiệt độ và áp suất. Đối với chất rắn, khối lượng riêng sẽ rất khác nhau tùy thuộc vào cấu trúc kết tinh và độ kết tinh.

Nếu chất rắn ở thể vô định hình, khối lượng riêng của nó có thể phụ thuộc vào quá trình tinh chế và xử lý. Bởi vậy, không giống như chất lỏng, khối lượng riêng của hai chất rắn tương đương về mặt hóa học có thể khác nhau và sự khác nhau này phản ánh sự không giống nhau về cấu trúc trạng thái rắn. Khối lượng riêng của các hạt thành phần là một đặc tính lý học quan trọng của bột dược phẩm.

Ngoài các định nghĩa trên về khối lượng riêng của tiểu phân, còn có *khối lượng riêng toàn khối* bao gồm cả thể tích trống giữa các hạt được tạo thành trong khối bột. Do đó, khối lượng riêng toàn khối phụ thuộc vào cả hai: Khối lượng riêng của các tiểu phân bột và sự sắp xếp của các tiểu phân bột.

Đo khối lượng riêng bằng picnomet khí

Đo bằng picnomet khí là một phương pháp thuận tiện và thích hợp để xác định khối lượng riêng của các tiểu phân bột. Một loại picnomet khí đơn giản được mô tả như trong Hình 6.11.



V_r : Thể tích đối chiếu;
 V_s : Thể tích buồng thử;
 V_c : Thể tích mẫu;
 M : Áp kế.

Hình 6.11 - Sơ đồ picnomet khí

Mẫu thử có khối lượng w và thể tích V_s được đặt trong một buồng thử kín có thể tích của buồng rỗng là V_c . Áp suất đối chiếu của hệ thống là P_r được xác định bằng áp kế khi mở van nối thể tích đối chiếu với buồng thử. Sau đó van được đóng để tách riêng thể tích đối chiếu V_r khỏi buồng thử. Buồng thử được nén với một áp suất ban đầu P_i . Sau đó van lại được mở để nối thể tích đối chiếu V_r với buồng thử và áp suất cuối cùng sẽ giảm xuống còn P_f . Thể tích của mẫu thử V_s được tính theo công thức:

$$V_s = V_c - \frac{V_r}{\left[\frac{P_i - P_r}{P_f - P_r} \right] - 1} \quad (1)$$