

đèn cồn phải dùng một lưới thép có phủ chất chịu nhiệt hình vuông, mỗi chiều dài 14 cm đến 16 cm, ở giữa có một lỗ tròn sao cho khi đặt bình cất vào, phần lọt xuống dưới lưới thép có phủ chất chịu nhiệt có dung tích 3 ml đến 4 ml. Nhiệt kế đã hiệu chuẩn chia độ đến 0,5 °C hoặc tới 0,2 °C. Lắp nhiệt kế ở đúng giữa cổ bình và đế đáy của bầu thủy ngân ngang với mức thấp nhất của cổ bình.

Cách xác định

Cho vào bình cất 20 ml chất thử, thêm vào bình cất vài viên bi thủy tinh hay đá bọt. Đun nóng bình nhanh cho đến sôi. Đọc nhiệt độ khi giọt chất lỏng đầu tiên hứng được. Hiệu chỉnh nhiệt độ đọc được với áp suất khí quyển bằng công thức sau:

$$t_1 = t_2 + k (101,3 - b)$$

Trong đó:

- t₁ là nhiệt độ đã được hiệu chỉnh;
- t₂ là nhiệt độ đọc được ở áp suất b;
- b là áp suất không khí tại thời điểm thử nghiệm (tính theo kPa);
- k là hệ số hiệu chỉnh có giá trị như ở bảng dưới đây:

Nhiệt độ sôi (°C)	Hệ số hiệu chỉnh
Dưới 100 °C	0,30
Trên 100 °C tới 140 °C	0,34
Trên 140 °C tới 190 °C	0,38
Trên 190 °C tới 240 °C	0,41
Trên 240 °C	0,45

Xác định khoảng chưng cất

Khoảng chưng cất của một chất lỏng là khoảng nhiệt độ được hiệu chỉnh ở áp suất 101,3 kPa, trong khoảng đó một chất lỏng hay một phần xác định chất lỏng chưng cất được trong điều kiện dưới đây:

Dụng cụ

Dụng cụ giống như dụng cụ xác định điểm sôi, chỉ khác là bình cất có dung tích 200 ml và nhiệt kế lắp sao cho đầu trên của bầu thủy ngân thấp hơn thành dưới của ống nhánh 5 mm. Nhiệt kế được chia vạch tới 0,2 °C và có khoảng thang đo được 50 °C. Trong khi chưng cất bình và cổ bình được bảo vệ để tránh gió lùa bằng một tấm màn chắn thích hợp. Hứng dịch cất vào một ống đong 50 ml chia độ tới 1 ml. Làm lạnh ống ngưng bằng nước tuần hoàn đối với các chất chưng cất dưới 150 °C.

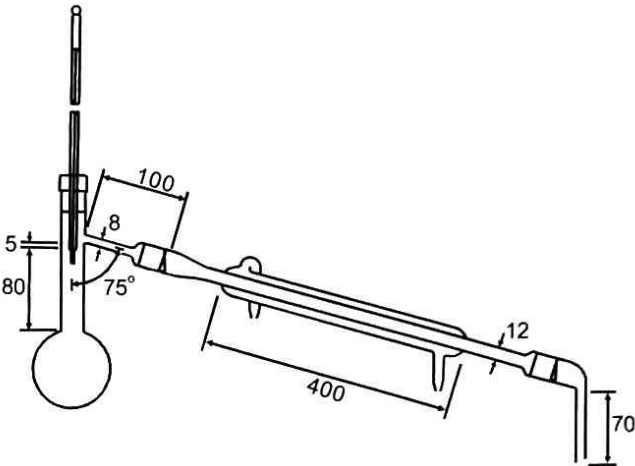
Cách xác định

Cho vào bình cất 50 ml chất lỏng thử nghiệm, thêm vài viên đá bọt. Đun bình sao cho chất lỏng sôi nhanh và ghi nhiệt độ tại đó giọt chất lỏng đầu tiên cất được nhỏ vào ống đong. Điều chỉnh nguồn nhiệt để có tốc độ cất 2 ml/min đến 3 ml/min và ghi lại nhiệt độ mà tất cả chất thử hay một phần quy định chất thử ở 20 °C được chưng cất hết. Hiệu chỉnh nhiệt độ đọc được với áp suất khí quyển bằng công thức sau:

$$t_1 = t_2 + k (101,3 - b)$$

Trong đó:

- t₁ là nhiệt độ đã được hiệu chỉnh;
- t₂ là nhiệt độ đọc được ở áp suất b;
- b là áp suất không khí tại thời điểm thử nghiệm (tính theo kPa);
- k là hệ số hiệu chỉnh ở bảng trong mục Xác định nhiệt độ sôi, nếu không có hệ số nào khác được quy định trong chuyên luận riêng.



Hình 6.8 - Dụng cụ xác định điểm sôi, khoảng chưng cất (kích thước tính bằng mm).

6.9 XÁC ĐỊNH ĐỘ THẨM THẤU

Xác định độ thẩm thấu là một phương pháp đo nồng độ thẩm thấu của dung dịch mẫu thử từ phép đo của độ hạ băng điểm.

Khi một dung dịch và một dung môi tinh khiết được ngăn cách nhau bởi một màng bán thấm, thì dung môi có thể đi qua tự do nhưng chất tan thì không thể, một phần của dung môi tinh khiết sẽ đi qua màng sang bên ngăn của dung dịch. Sự chênh lệch áp suất giữa hai ngăn đồng thời với việc di chuyển của dung môi qua màng được định nghĩa là áp suất thẩm thấu. Áp suất thẩm thấu là một đặc tính vật lý phụ thuộc vào tổng các dạng tiểu phân có mặt, bao gồm cả các phân tử trung hòa và các ion và không phụ thuộc vào bản chất chất tan. Các đặc tính của dung dịch như áp suất thẩm thấu, độ hạ băng điểm, độ tăng điểm sôi... không phụ thuộc vào bản chất của chất tan mà phụ thuộc vào tổng số của tất cả các dạng tiểu phân được gọi là các đặc tính phụ thuộc số lượng của dung dịch.

Áp suất thẩm thấu của một dung dịch polymer có thể đo trực tiếp như là sự chênh lệch áp suất thủy tĩnh giữa hai ngăn được cách nhau bởi một màng bán thấm, ví dụ màng cellulose. Tuy nhiên, nó không áp dụng đối với dung dịch có chứa các phân tử nhỏ có thể đi qua màng bán thấm. Mặc dù áp suất thẩm thấu của một dung dịch như vậy không thể đo được trực tiếp, hướng và mức độ của việc di chuyển dung môi qua màng sinh học có thể được dự đoán trước từ tổng số tất cả các tiểu phân có mặt khi dung dịch được đặt

dưới các điều kiện sinh lý. Các đặc tính phụ thuộc số lượng khác của dung dịch như độ hạ băng điểm, độ tăng điểm sôi, độ hạ áp suất hơi... có thể thu được trực tiếp bằng cách theo dõi sự thay đổi của nhiệt độ và áp suất.... Những đặc tính này phụ thuộc vào tổng các dạng ion và phân tử trung hòa trong dung dịch cũng như áp suất thẩm thấu và nồng độ các hạt phân tử được định nghĩa như là nồng độ thẩm thấu. Nồng độ thẩm thấu có thể được định nghĩa bằng hai cách, một là nồng độ dựa trên khối lượng (độ thẩm thấu ξ_m , mol/kg) và cách khác là nồng độ dựa trên thể tích (độ thẩm thấu ξ_c , mol/l). Trong thực tế, cách thứ hai thuận tiện hơn. Phương pháp đo độ hạ băng điểm thường được dùng để xác định nồng độ thẩm thấu, trừ khi có chỉ dẫn khác. Phương pháp dựa trên sự phụ thuộc tuyến tính của độ hạ băng điểm ΔT (°C) với độ thẩm thấu ξ_m (mol/kg) được biểu thị theo phương trình sau:

$$\Delta T = K \cdot \xi_m$$

Trong đó: K là hằng số của độ hạ băng điểm mol và bằng 1,86 °C kg/mol, khi dung môi là nước. Vì hằng số K được định nghĩa dựa trên nồng độ phân tử gam, nồng độ thẩm thấu mol có thể thu được từ phương trình trên. Trong khoảng nồng độ thẩm thấu loãng, độ thẩm thấu ξ_m (mol/kg) có thể coi bằng độ thẩm thấu ξ_c (mol/l). Bởi vậy, độ thẩm thấu thông thường (mol/l) và đơn vị osmol (Osm) được chấp nhận trong phương pháp thử này.

Một Osm có nghĩa là có một số lượng tiểu phân bằng với số Avogadro ($6,022 \times 10^{23}$ /mol) chứa trong 1 L dung dịch. Nồng độ thẩm thấu thường được biểu thị bằng đơn vị miliosmol (mOsm, mosmol/l).

Thiết bị

Thẩm thấu kế gồm một cốc đo chứa một thể tích xác định của dung dịch mẫu thử, một bộ phận giữ cốc đo, một bể làm lạnh có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ và một nhiệt điện trở để phát hiện nhiệt độ.

Cách tiến hành

Một thể tích xác định của dung dịch thử được đưa vào cốc đo theo quy định đối với từng loại thiết bị.

Thiết bị trước tiên phải được hiệu chuẩn bằng phương pháp hiệu chuẩn hai điểm dùng các dung dịch chuẩn.

Để hiệu chuẩn, chọn hai dung dịch chuẩn khác nhau để nồng độ thẩm thấu của dung dịch thử nằm trong khoảng đó. Ngoài các dung dịch chuẩn được cho trong bảng dưới đây, nước có thể được dùng như là một dung dịch chuẩn (0 mOsm) để đo các dung dịch có độ thẩm thấu thấp (0 mOsm đến 100 mOsm). Sau khi rửa cốc đựng mẫu và nhiệt điện trở như chỉ dẫn trong từng thiết bị riêng, đo độ hạ băng điểm của dung dịch thử. Dùng phương trình đã nêu trên để tính độ thẩm thấu của dung dịch.

Trong trường hợp dung dịch có độ thẩm thấu lớn hơn 1000 mOsm, cần hòa loãng mẫu bằng cách thêm nước cất. Đo độ thẩm thấu của dung dịch pha loãng như chỉ dẫn ở trên. Trong trường hợp này, cần chỉ rõ độ thẩm thấu đã được tính đối với mẫu thử là độ thẩm thấu biểu kiến thu được bằng phương pháp pha loãng. Khi áp dụng phương

pháp pha loãng, độ pha loãng nên được chọn để độ thẩm thấu đo được gần với độ thẩm thấu của dung dịch nước muối sinh lý.

Trong trường hợp mẫu thử ở trạng thái rắn như là thuốc đông khô, chuẩn bị dung dịch thử bằng cách hòa tan chất rắn trong dung môi thích hợp như chỉ dẫn.

Sự thích hợp của thiết bị

Sau khi hiệu chuẩn thiết bị, phép thử độ thích hợp phải được làm bằng cách lặp lại phép đo độ thẩm thấu đối với một dung dịch chuẩn không ít hơn 6 lần. Trong khi làm phép thử này nên chọn độ thẩm thấu của dung dịch thử và dung dịch chuẩn gần giống nhau.

Trong phép thử này, độ lặp lại của giá trị đo và độ lệch trung bình nên nhỏ hơn 2,0 % và 3,0 % tương ứng.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn để hiệu chuẩn thẩm thấu kế

Cân chính xác một lượng natri clorid chuẩn (đã được nung trước ở 500 °C đến 650 °C trong 40 min đến 50 min và để nguội trong bình hút ẩm) theo chỉ dẫn trong Bảng 6.9 và hòa tan natri clorid trong chính xác 100 g nước để làm dung dịch chuẩn.

Bảng 6.9 - Lượng natri clorid để pha dung dịch chuẩn

Dung dịch chuẩn để hiệu chuẩn thẩm thấu kế (mosmol/kg)	Lượng natri clorid (g)
100	0,309
200	0,626
300	0,946
400	1,270
500	1,593
700	2,238
1000	3,223

Tỷ số thẩm thấu

Trong phương pháp thử này tỷ số thẩm thấu được định nghĩa là tỷ số độ thẩm thấu của dung dịch thử đối với dung dịch natri clorid đẳng trương. Tỷ số có thể được dùng để đo độ đẳng trương của dung dịch thử. Vì độ thẩm thấu của dung dịch natri clorid đẳng trương (NaCl 0,900 g/100 ml) C_S (mOsm) được coi như là hằng số (286 mOsm), độ thẩm thấu của dung dịch thử là C_T (mOsm), tỷ số thẩm thấu được tính theo phương trình:

$$\text{Tỷ số thẩm thấu} = \frac{C_T}{C_S}$$

C_S : 286 mOsm

Khi phép đo được tiến hành bằng phương pháp pha loãng, vì mẫu thử có độ thẩm thấu lớn hơn 1000 mOsm, độ thẩm thấu biểu kiến của dung dịch mẫu C_T có thể được tính theo phương trình:

$$n \times C'_T = C_T$$

Trong đó:

n là độ pha loãng;

C'_T là độ thẩm thấu đo được của dung dịch loãng.

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 dioxyl (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.