

Căn cứ vào góc quay cực đo được, có thể tính nồng độ g/l của chất thử trong dung dịch theo biểu thức:

$$c \text{ (g/l)} = \frac{\alpha}{l \times [\alpha]_D^{20}} \times 1000$$

hoặc nồng độ % (kl/kl) của chất thử trong dung dịch theo biểu thức:

$$c \text{ (% kl/kl)} = \frac{\alpha}{l \times \rho_{20} \times [\alpha]_D^{20}} \times 100$$

Trong đó:

$\rho_{20}$  là khối lượng riêng (g/cm<sup>3</sup>) của dung dịch ở 20 °C.

## 6.5 XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG RIÊNG VÀ TỶ TRỌNG

### Khối lượng riêng

Khối lượng riêng của một chất ở nhiệt độ t ( $\rho_t$ ) là khối lượng một đơn vị thể tích của chất đó, xác định ở nhiệt độ t:

$$\rho_t = \frac{M}{V}$$

Trong đó:

M là khối lượng của chất, xác định ở nhiệt độ t;

V là thể tích chất, xác định ở nhiệt độ t, được tính từ khối lượng nước cân trong không khí ở nhiệt độ t.

Khối lượng của 1 lít nước, có tính đến ảnh hưởng của sức đẩy của không khí, ở nhiệt độ xác định được đưa ra trong bảng sau.

| Nhiệt độ (°C) | Khối lượng của một lít nước (g) |
|---------------|---------------------------------|
| 20            | 997,18                          |
| 25            | 996,02                          |
| 30            | 994,62                          |

Trong hệ đơn vị quốc tế SI, đơn vị của khối lượng riêng là kg/m<sup>3</sup>. Trong ngành dược thường xác định khối lượng riêng ở nhiệt độ 20 °C ( $\rho_{20}$ ) có tính đến ảnh hưởng của sức đẩy của không khí (tức là quy về giá trị xác định trong chân không) và dùng đơn vị kg/l hoặc g/ml.

### Tỷ trọng tương đối

Tỷ trọng tương đối  $d_{20}^{20}$  của một chất là tỷ số giữa khối lượng của một thể tích cho trước của chất đó, và khối lượng của cùng thể tích nước cất, tất cả đều cân ở 20 °C.

### Tỷ trọng biểu kiến

Đại lượng “tỷ trọng biểu kiến” được dùng trong các chuyên luận ethanol, ethanol 96 % và loãng hơn..., là khối lượng cân trong không khí của một đơn vị thể tích chất lỏng. Tỷ trọng biểu kiến được biểu thị bằng đơn vị kg/m<sup>3</sup> và được tính toán theo biểu thức sau đây:

$$\text{Tỷ trọng biểu kiến} = 997,2 \times d_{20}^{20}$$

Trong đó:

$d_{20}^{20}$  là tỷ trọng tương đối của chất thử.

997,2 là khối lượng cân trong không khí của 1 m<sup>3</sup> nước, tính bằng kg.

### Xác định tỷ trọng tương đối $d_{20}^{20}$ của một chất lỏng

Xác định tỷ trọng của một chất lỏng theo phương pháp được chỉ rõ trong chuyên luận. Nếu chuyên luận không chỉ rõ dùng phương pháp nào để xác định tỷ trọng một chất lỏng, có thể dùng một trong các phương pháp sau đây:

**Phương pháp dùng picnomet:** Cân chính xác picnomet rỗng, khô và sạch. Đổ vào picnomet mẫu thử đã điều chỉnh nhiệt độ thấp hơn 20 °C, chú ý không để có bọt khí. Giữ picnomet ở nhiệt độ 20 °C trong khoảng 30 min. Dùng một băng giấy lọc để thấm hết chất lỏng thừa trên vạch mức, làm khô mặt ngoài của picnomet, cân rồi tính khối lượng chất lỏng chứa trong picnomet. Tiếp đó đổ mẫu thử đi, rửa sạch picnomet, làm khô bằng cách tráng ethanol rồi tráng acetone, thổi không khí nén hoặc không khí nóng đuổi hết hơi acetone, sau đó xác định khối lượng nước cất chứa trong picnomet ở nhiệt độ 20 °C như làm với mẫu thử. Tỷ số giữa khối lượng mẫu thử và khối lượng nước cất thu được là tỷ trọng  $d_{20}^{20}$  cần xác định.

Phương pháp này cho kết quả với 4 chữ số lẻ thập phân.

**Phương pháp dùng cân thủy tĩnh Mohr-Westphal:** Đặt cân trên mặt phẳng nằm ngang. Mắc phao vào đòn cân, đặt phao chìm trong nước cất ở nhiệt độ 20 °C và chỉnh thăng bằng bằng các con mã đặt ở các vị trí thích hợp, thu được giá trị M. Lấy phao ra, thấm khô rồi đặt lại phao chìm trong chất lỏng cần xác định tỷ trọng, ở cùng nhiệt độ 20 °C, chú ý sao cho phần dây treo chìm trong chất lỏng một đoạn bằng đoạn đã chìm trong nước cất. Chỉnh lại thăng bằng bằng các con mã đặt ở vị trí thích hợp, thu được giá trị M<sub>1</sub>. Tỷ số M<sub>1</sub>/M là tỷ trọng  $d_{20}^{20}$  cần xác định. Phương pháp này cho kết quả với 3 chữ số lẻ thập phân.

**Phương pháp dùng tỷ trọng kế:** Lau sạch tỷ trọng kế bằng ethanol hoặc ether. Dùng đũa thủy tinh trộn đều chất lỏng cần xác định tỷ trọng. Đặt nhẹ nhàng tỷ trọng kế vào chất lỏng đó sao cho tỷ trọng kế không chạm vào thành và đáy của dụng cụ đựng chất thử. Chỉnh nhiệt độ tới 20 °C và khi tỷ trọng kế ổn định, đọc kết quả theo vòng khum dưới của mức chất lỏng. Đối với chất lỏng không trong suốt, đọc theo vòng khum trên.

Phương pháp này cho kết quả với 2 hoặc 3 chữ số lẻ thập phân.

### Xác định tỷ trọng $d_{20}^{20}$ của mỡ, sáp, nhựa, nhựa thơm

Dùng picnomet: Đầu tiên cân chính xác picnomet rỗng (M<sub>1</sub>) rồi cân picnomet đổ đầy nước cất ở 20 °C (M<sub>2</sub>). Sau đó đổ nước đi, làm khô picnomet, dùng ống hút hoặc phễu cuốn nhỏ, cho vào trong picnomet mẫu thử đã được đun chảy khoảng 1/3 đến 1/2 thể tích của picnomet. Để 1 h trong nước nóng, không đập nút. Làm nguội đến 20 °C, đập nút. Lau khô mặt ngoài picnomet rồi lại cân (M<sub>3</sub>). Cuối cùng thêm nước cất đến vạch, lau khô mặt ngoài picnomet rồi lại cân (M<sub>4</sub>). Chú ý không được để bọt khí còn lại giữa lớp nước và mẫu thử.

Tính kết quả theo công thức:

$$d_{20}^{20} = \frac{M_2 - M_1}{(M_4 + M_2) - (M_1 + M_3)}$$

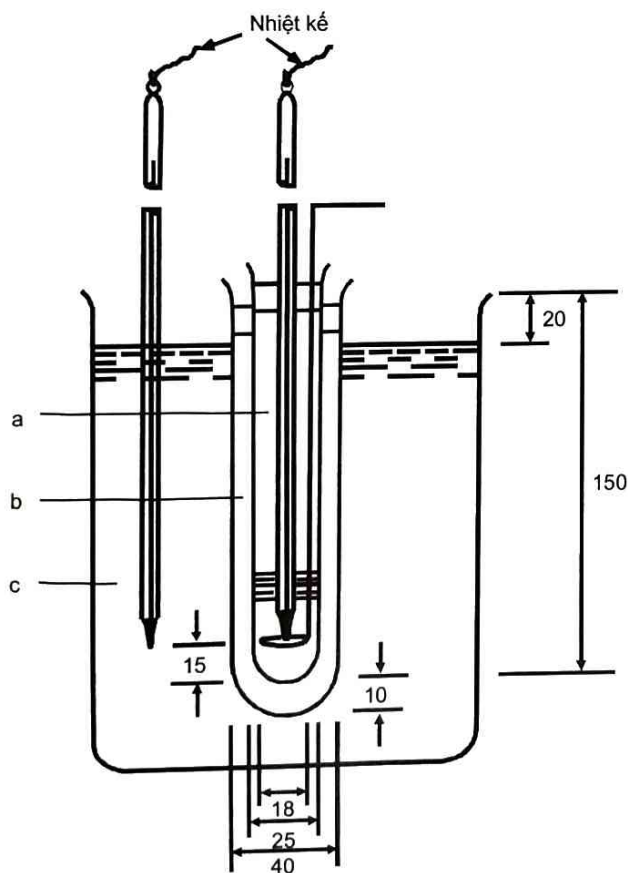
## 6.6 XÁC ĐỊNH NHIỆT ĐỘ ĐÔNG ĐẶC

Nhiệt độ đông đặc là nhiệt độ cao nhất giữ nguyên không đổi trong quá trình chuyển từ trạng thái lỏng sang trạng thái rắn.

### Dụng cụ (Hình 6.6)

Một ống nghiệm (a) 150 mm × 25 mm đặt vào bên trong một ống nghiệm lớn (b) khoảng 160 mm × 40 mm. Hai ống nghiệm không chạm vào nhau và cách nhau một lớp không khí. Ống nghiệm bên trong được đẩy bằng một nút có mang một que khuấy và một nhiệt kế (dài khoảng 175 mm, chia độ tới 0,2 °C), được cố định sao cho bầu nhiệt kế cách đáy ống khoảng 15 mm. Que khuấy được làm bằng một đĩa thủy tinh hoặc bằng thép, đầu dưới uốn thành một vòng tròn có đường kính khoảng 18 mm, vuông góc với que khuấy.

Ống nghiệm (a) và ống bọc nó (b) được giữ ở giữa một cốc hình vại (c) có dung tích 1 L, chứa một chất lỏng làm lạnh thích hợp. Mức chất lỏng làm lạnh cách miệng ống khoảng 20 mm. Một nhiệt kế hỗ trợ được giữ trong chất lỏng làm lạnh.



Hình 6.6 - Dụng cụ xác định nhiệt độ đông đặc (kích thước tính bằng mm)

### Cách tiến hành

Lấy một lượng chế phẩm (đã được làm nóng chảy nếu cần thiết), cho vào ống nghiệm (a) của dụng cụ sao cho bầu thủy ngân của nhiệt kế ngập trong lớp chế phẩm và xác định sơ bộ khoảng nhiệt độ đông đặc bằng cách làm lạnh nhanh. Đặt ống nghiệm (a) đã chứa chế phẩm vào trong một bể cách thủy có nhiệt độ trên nhiệt độ đông đặc dự kiến khoảng 5 °C cho đến khi các tinh thể chế phẩm chảy hoàn toàn. Làm đầy cốc (c) bằng nước hoặc dung dịch bão hòa natri clorid ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ đông đặc dự kiến khoảng 5 °C. Lồng ống nghiệm (a) vào ống nghiệm (b) và đặt vào cốc (c). Khuấy liên tục, nhẹ nhàng và cứ 30 s lại đọc nhiệt độ trên nhiệt kế một lần. Lúc đầu nhiệt độ hạ thấp dần, rồi giữ nguyên một thời gian hoặc tăng một chút, rồi giữ nguyên không đổi trong suốt thời gian đông. Để tránh hiện tượng chậm đông, khi gần đến điểm đông, có thể cho vào ống nghiệm một tinh thể nhỏ chế phẩm đã có sẵn, hoặc cọ nhẹ thành trong của ống nghiệm.

## 6.7 XÁC ĐỊNH NHIỆT ĐỘ NÓNG CHẢY, KHOẢNG NÓNG CHẢY VÀ ĐIỂM NHỎ GIỌT

Khoảng nóng chảy (gọi tắt là khoảng chảy) của một chất là khoảng nhiệt độ đã hiệu chỉnh, kể từ khi chất rắn bắt đầu nóng chảy và xuất hiện những giọt chất lỏng đầu tiên, đến khi chất rắn chuyển hoàn toàn sang trạng thái lỏng.

Nhiệt độ nóng chảy (gọi tắt là điểm chảy) của một chất là nhiệt độ đã hiệu chỉnh, tại đó hạt chất rắn cuối cùng của chất thử nghiệm chuyển thành trạng thái lỏng, bắt đầu biến màu, hoá than hoặc sủi bọt.

Khi phải xác định khoảng chảy, nếu nhiệt độ bắt đầu hoặc nhiệt độ kết thúc nóng chảy không xác định rõ ràng, ta có thể chỉ xác định nhiệt độ kết thúc, hoặc nhiệt độ bắt đầu nóng chảy. Nhiệt độ này phải nằm trong giới hạn quy định trong chuyên luận riêng của chế phẩm.

Để xác định khoảng chảy và điểm chảy, tùy theo tính chất lý học của từng chất, áp dụng một trong các phương pháp 1, 2 hay 3, còn để xác định điểm nhỏ giọt thì sử dụng phương pháp 4.

### Phương pháp 1

(Áp dụng cho các chất rắn dễ nghiền nhỏ).

#### Dụng cụ

Một bình thủy tinh chịu nhiệt, trong bình chứa một chất lỏng thích hợp, thường dùng là dầu parafin, hoặc để xác định ở nhiệt độ cao dùng dầu silicon, lượng chất lỏng đủ để nhúng chìm được nhiệt kế và mẫu thử sao cho bầu thủy ngân cách đáy bình 2 cm.

Một dụng cụ khuấy có khả năng duy trì sự đồng nhất về nhiệt độ trong chất lỏng.

Một nhiệt kế đã được hiệu chuẩn và chia độ đến 0,5 °C, có khoảng nhiệt độ đo từ thấp nhất đến cao nhất không được quá 100 °C.