

Tính kết quả theo công thức:

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

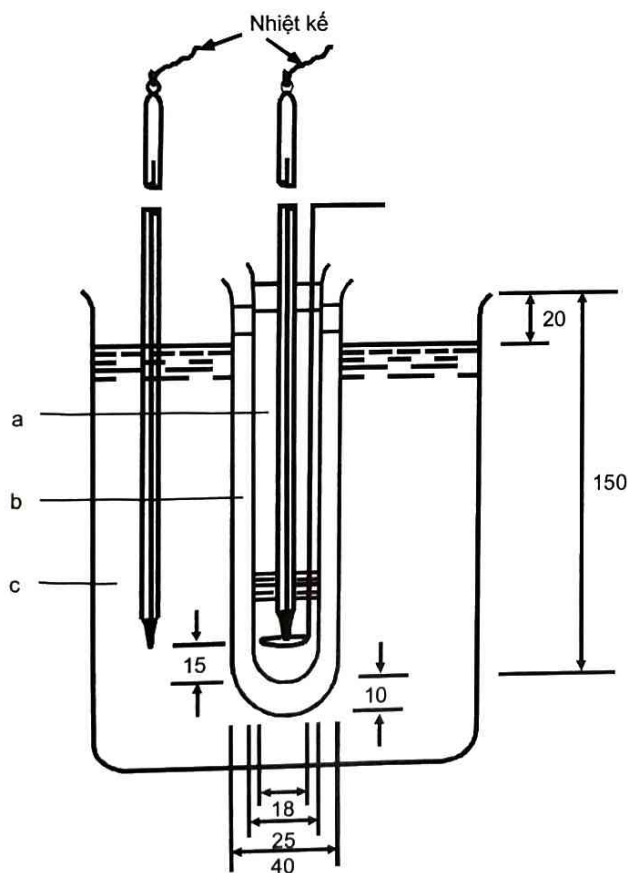
6.6 XÁC ĐỊNH NHIỆT ĐỘ ĐÔNG ĐẶC

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. Lắp 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.

Ống mao quản, hàn kín một đầu, dài 6 cm đến 8 cm, đường kính trong $1,0 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$, thành ống dày khoảng 0,10 mm đến 0,15 mm.

Nguồn nhiệt, có thể điều chỉnh được.

Dụng cụ có thể được hiệu chuẩn với các chất chuẩn có điểm chảy được chứng nhận của Tổ chức Y tế thế giới hay những chất thích hợp khác.

Cách xác định

Nghiền thành bột mịn chất thử đã làm khô 24 h ở áp suất 1,5 kPa đến 2,5 kPa trong bình với chất hút ẩm thích hợp, hoặc sấy khô 2 h ở 100°C đến 105°C , trừ trường hợp có chỉ dẫn trong chuyên luận riêng.

Cho bột vào ống mao quản, lèn bột bằng cách gõ nhẹ ống mao quản xuống mặt phẳng cứng để có một lớp chế phẩm cao 4 mm đến 6 mm.

Đun nóng bình đựng chất lỏng đến khi nhiệt độ thấp hơn điểm chảy dự kiến của chất thử khoảng 10°C , điều chỉnh nhiệt độ sao cho nhiệt độ tăng 1°C trong 1 min (trừ trường hợp có chỉ dẫn trong chuyên luận riêng), hoặc cho nhiệt độ tăng 3°C trong 1 min khi thử các chất không bền vì nhiệt. Khi nhiệt độ đạt thấp hơn điểm chảy dự kiến khoảng 5°C , lấy nhiệt kế ra, nhanh chóng buộc ống mao quản có chế phẩm vào nhiệt kế, sao cho lớp chế phẩm ngang với phần giữa bầu thủy ngân của nhiệt kế. Đặt lại nhiệt kế vào bình. Nhiệt độ mà tại đó nhìn thấy cột chất thử xẹp xuống, so sánh với một điểm nào đó trên thành ống, được xác định là điểm bắt đầu nóng chảy và nhiệt độ mà tại đó chất thử trở thành chất lỏng hoàn toàn, được xác định là điểm cuối của sự chảy hay điểm chảy.

Hiệu chỉnh nhiệt độ quan sát được nếu nhiệt kế đo có sai số với nhiệt kế chuẩn và sự khác biệt nếu có giữa nhiệt độ của đoạn cột thủy ngân ở ngoài chất lỏng trong điều kiện thí nghiệm và của đoạn cột thủy ngân ngoài chất lỏng trong điều kiện hiệu chuẩn. Nhiệt độ của đoạn cột thủy ngân ở ngoài chất lỏng được xác định bằng cách đặt bầu thủy ngân của nhiệt kế phụ ở điểm giữa của phần cột thủy ngân lộ ra ngoài chất lỏng của nhiệt kế chính.

Tính nhiệt độ đã hiệu chỉnh theo công thức sau:

$$T \text{ hiệu chỉnh} = T + 0,00016N (T_s - t)$$

Trong đó:

T là nhiệt độ đọc trên nhiệt kế chính;

T_s là nhiệt độ trung bình của đoạn cột thủy ngân ở ngoài chất lỏng của nhiệt kế chính trong điều kiện chuẩn hoá;

t là nhiệt độ của đoạn cột thủy ngân ở ngoài chất lỏng đọc trên nhiệt kế phụ tại điểm chảy;

N là số khoảng chia độ ($^\circ\text{C}$) của đoạn cột thủy ngân của nhiệt kế chính ở ngoài chất lỏng.

Phương pháp 2

(Áp dụng cho các chất không nghiền thành bột được như mỡ, sáp, acid béo, parafin rắn, lanolin và chất tương tự, không tan trong nước).

Dụng cụ

Dùng dụng cụ như phương pháp 1, riêng ống mao quản hơi hai đầu, dài 80 mm đến 100 mm, đường kính trong 0,8 mm đến 1,2 mm, thành dày 0,1 mm đến 0,3 mm.

Cách xác định

Cẩn thận làm chảy chất thử ở nhiệt độ thấp tối thiểu. Cắm ống mao quản vào chất thử sao cho lấy được một cột chất thử cao 10 mm không có bọt. Dùng khăn sạch lau sạch phía ngoài mao quản, để nguội ở 10°C hay thấp hơn trong 24 h, hoặc để tiếp xúc với nước đá ít nhất 2 h.

Đổ nước cất vào cốc thủy tinh đến chiều cao 6 cm. Treo nhiệt kế vào giá và nhúng vào chính giữa cốc nước. Đun nóng cốc nước đến nhiệt độ thấp hơn điểm chảy dự kiến 10°C , lấy nhiệt kế ra, nhanh chóng buộc mao quản vào nhiệt kế bằng phương tiện thích hợp sao cho cột chất thử ngang với phần giữa bầu thủy ngân của nhiệt kế, điều chỉnh nhiệt kế để đầu dưới của ống mao quản cách đáy cốc 1 cm. Điều chỉnh tốc độ gia nhiệt không quá $1^\circ\text{C}/\text{min}$. Trong lúc đó luôn khuấy nước nhẹ nhàng và quan sát cột chất thử, khi cột chất thử bắt đầu dâng lên trong ống mao quản thì đọc nhiệt độ.

Kết quả đọc giữa 2 lần đo liên tiếp không được chênh lệch nhau quá $0,5^\circ\text{C}$. Lấy kết quả trung bình. Nhiệt độ này được coi là điểm chảy và phải nằm trong khoảng nóng chảy quy định của chuyên luận.

Phương pháp 3

(Áp dụng cho chất rắn dễ nghiền nhỏ, giống như phương pháp 1).

Dụng cụ

Một khối kim loại (như đồng) không bị ăn mòn bởi chất thử nghiệm, khả năng truyền nhiệt tốt, bề mặt trên được đánh bóng cẩn thận. Khối kim loại này được đun nóng toàn khối và đồng đều bằng một dụng cụ như đèn ga nhỏ điều chỉnh được hay dụng cụ đun nóng bằng điện có thể điều chỉnh chính xác. Khối kim loại có một khoang hình ống nằm song song, bên dưới và cách bề mặt đánh bóng khoảng 3 mm, có kích thước thích hợp để chứa được một nhiệt kế thủy ngân, đặt ở vị trí giống vị trí khi hiệu chuẩn. Dụng cụ được hiệu chuẩn bằng một chất chuẩn thích hợp đã ghi trong phương pháp 1.

Cách xác định

Đun nóng khối kim loại với một tốc độ thích hợp tới nhiệt độ dưới điểm nóng chảy dự kiến khoảng 10°C thì điều chỉnh nhiệt độ tăng $1^\circ\text{C}/\text{min}$, tại những khoảng thời gian đều nhau, thả một vài hạt chất thử đã được làm khô bằng phương pháp thích hợp hay theo sự chỉ dẫn trong chuyên luận và nghiền thành bột mịn lên bề mặt khối kim loại gần vị trí của bầu thủy ngân của nhiệt kế, lau sạch bề mặt sau mỗi lần thử nghiệm.

Ghi lại nhiệt độ mà tại đó chất thử tan chảy lần đầu tiên ngay khi nó chạm tới bề mặt kim loại (t_1) và ngừng đun

ngay. Trong khi để nguội dần, lại thả một vài hạt chất thử trong khoảng thời gian đều đặn, lau sạch bề mặt sau mỗi lần thử.

Ghi lại nhiệt độ mà tại đó chất thử ngừng tan chảy ngay khi tiếp xúc với bề mặt tấm kim loại (t_2).

Điểm chảy tức thời được tính theo công thức:

$$(t_1 + t_2)/2$$

Phương pháp 4

Xác định điểm nhỏ giọt (áp dụng cho vaselin và những chất tương tự).

Điểm nhỏ giọt là nhiệt độ mà tại đó giọt đầu tiên của chất thử nóng chảy rơi xuống từ một cái chén nhỏ trong điều kiện xác định dưới đây:

Dụng cụ (Hình 6.7)

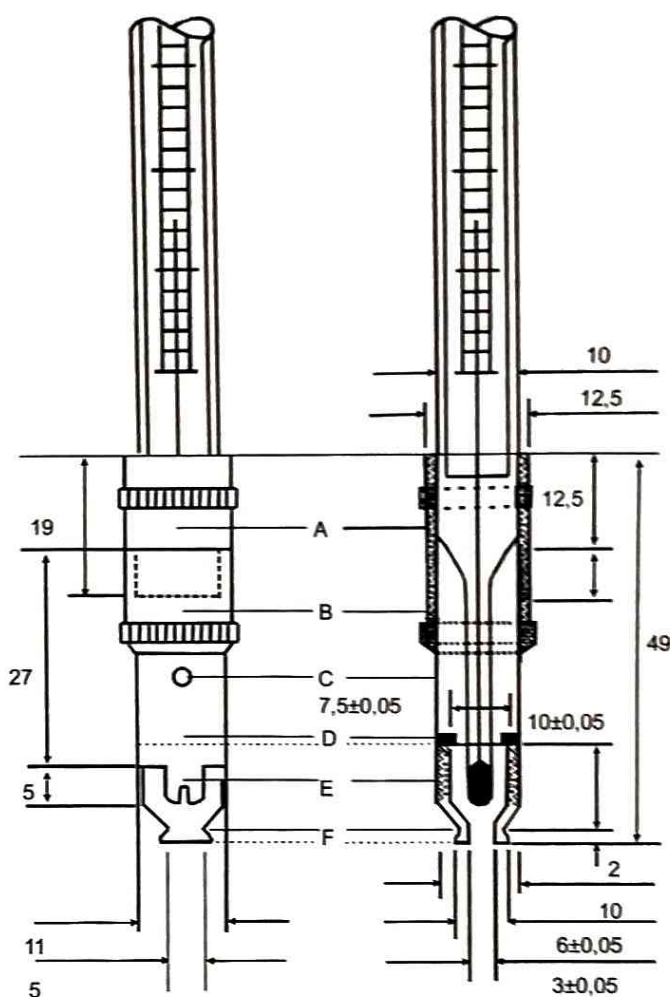
Một ống kim loại (A) bao bọc nhiệt kế thủy ngân và được vận vào một ống kim loại thứ hai (B), một chén nhỏ bằng kim loại (F) được gắn cố định vào phần dưới của ống (B) bằng hai cái đai xiết chặt (E), vị trí chính xác của chén được xác định bằng hai giá đỡ (D) dài 2 mm và cũng dùng để giữ cho nhiệt kế ở chính giữa. Có một lỗ (C) xuyên qua thành của ống kim loại thứ 2 (B), được dùng để cân bằng áp suất.

Bề mặt lỗ thoát ở đáy chén phải phẳng và vuông góc với thành trong của nó. Nhiệt kế có đường kính trong của bầu thủy ngân từ 3,3 mm đến 3,7 mm, dài 5,7 mm đến 6,3 mm, được chuẩn hoá từ 0 °C đến 110 °C chia vạch 1 mm tương ứng 1 °C. Dụng cụ được đặt theo chiều dọc của một ống có kích thước khoảng 20 cm × 4 cm, được cố định bằng một cái nút và nhiệt kế xuyên qua nút theo một đường rãnh. Miệng lỗ thoát của chén cách đáy của ống khoảng 15 mm. Ống được nhúng vào một cái cốc vại có dung tích 1 L, chứa nước sao cho đáy của ống cách đáy của cốc khoảng 25 mm, mặt thoáng của nước bằng với đầu trên của ống kim loại thứ nhất (A). Một dụng cụ khuấy được dùng để giữ cho nhiệt độ của nước đồng nhất.

Cách xác định

Nếu không có chỉ dẫn gì khác trong chuyên luận, đồ chất thử tới miệng chén mà không làm nóng chảy nó, dùng thìa xúc hóa chất để loại bỏ những phần dư ở miệng và đáy chén. Ấn chén vào vị trí của nó trong lớp vỏ kim loại (B) cho tới khi chạm tới giá đỡ, dùng thìa xúc bột chất thử do nhiệt kế đẩy ra. Đun nóng cốc nước, khi nhiệt độ đạt tới thấp hơn nhiệt độ nóng chảy hay nhỏ giọt khoảng 10 °C thì điều chỉnh tốc độ tăng nhiệt độ khoảng 1 °C/min và ghi nhiệt độ giọt chất lỏng đầu tiên rơi xuống.

Tiến hành ít nhất 3 lần, mỗi lần thử với mẫu thử mới. Sự khác biệt giữa các lần đọc không quá 3 °C. Nhiệt độ trung bình của 3 lần xác định là điểm chảy hay điểm nhỏ giọt của mẫu thử.



Hình 6.7 - Dụng cụ xác định điểm nhỏ giọt (kích thước tính bằng mm)

6.8 XÁC ĐỊNH NHIỆT ĐỘ SÔI VÀ KHOẢNG CHỪNG CẮT

Nhiệt độ sôi của một chất lỏng là nhiệt độ đã hiệu chỉnh, tại đó áp suất hơi của chất lỏng đạt tới 101,3 kPa.

Xác định nhiệt độ sôi

Dụng cụ (Hình 6.8)

Bình chưng cất: Bình chưng cất đáy tròn, bằng thủy tinh chịu nhiệt có dung tích 50 ml đến 60 ml, cổ bình cao 10 cm đến 12 cm, đường kính trong của cổ bình từ 14 mm đến 16 mm, ở khoảng giữa chiều cao của cổ bình có một ống nhánh dài 10 cm đến 12 cm, đường kính trong 5 mm và tạo với phần dưới của cổ bình một góc 70° đến 75°.

Ống ngưng ruột thẳng: Một ống thủy tinh thẳng dài 55 cm đến 60 cm, phần được cung cấp nước lạnh dài khoảng 40 cm. Ở cuối ống ngưng lắp một ống nối cong để dẫn chất lỏng cất được vào bình hứng.

Bình hứng: Là một ống đong thích hợp có dung tích 25 ml đến 50 ml, chia độ đến 0,5 ml.

Nguồn nhiệt có thể điều chỉnh được cường độ đốt nóng, có thể dùng bếp khí đốt, đèn cồn. Khi dùng bếp khí đốt hay