0601 相对密度测定法

密度系指在规定的温度下,单位体积内所含物质的质量数,即质量与体积的比值;相对密度系指在相同的温度、压力条件下,某物质的密度与水的密度之比。除另有规定外,温度为20℃。

纯物质的相对密度在特定的条件下为不变的常数。但如物质的纯度不够,则其相对密度的测定值会随着纯度的变化而改变。因此,测定兽药的相对密度,可用以检查兽药的纯杂程度。

液体兽药的相对密度,一般用比重瓶(图1)测定; 测定易挥发液体的相对密度,可用 韦氏比重秤(图2)测定。测定兽药的相对密度也可采用震荡型密度计法测定。

用比重瓶测定时的环境(指比重瓶和天平的放置环境)温度应略低于 20 ℃或各品种项下规定的温度。

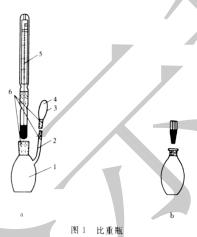


图 1 比重瓶 1. 比重瓶主体; 2. 侧管; 3. 侧孔; 4. 罩;

一、比重瓶法

(1)取洁净、干燥并精密称定重量的比重瓶(图 1a),装满供试品(温度应低于 20℃或各品种项下规定的温度)后,装上温度计(瓶中应无气泡),置 20℃(或各品种项下规定的温度)的水浴中放置若干分钟,使内容物的温度达到 20℃(或各品种项下规定的温度),用滤纸除去溢出侧管的液体,立即盖上罩。然后将比重瓶自水浴中取出,再用滤纸将比重瓶的外面擦净,精密称定,减去比重瓶的重量,求得供试品的重量后,将供试品倾去,洗净比重瓶,装满新沸过的冷水,再照上法测得同一温度时水的重量,按下式计算,即得。

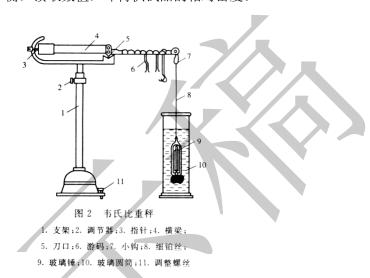
供试品的相对密度= 供试品重量 水重量

(2)取洁净、干燥并精密称定重量的比重瓶(图 1b),装满供试品(温度应低于 20℃或各品种项下规定的温度)后,插入中心有毛细孔的瓶塞,用滤纸将从塞孔溢出的液体擦干,置 20℃(或各品种项下规定的温度)恒温水浴中,放置若干分钟,随着供试液温度的上升,过多的液体将不断从塞孔溢出,随时用滤纸将瓶塞顶端擦干,待液体不再由塞孔溢出,迅即

将比重瓶自水浴中取出,照上述(1)法,自"再用滤纸将比重瓶的外面擦净"起,依法测定,即得。

二、韦氏比重秤法

取 20℃时相对密度为 1 的韦氏比重秤(图 2),用新沸过的冷水将所附玻璃圆筒装至八分满,置 20℃(或各品种项下规定的温度)的水浴中,搅动玻璃圆筒内的水,调节温度至 20℃(或各品种项下规定的温度),将悬于秤端的玻璃锤浸入圆筒内的水中,秤臂右端悬挂游码于 1.0000 处,调节秤臂左端平衡用的螺旋使平衡,然后将玻璃圆筒内的水倾去,拭干,装入供试液至相同的高度,并用同法调节温度后,再把拭干的玻璃锤浸入供试液中,调节秤臂上游码的数量与位置使平衡,读取数值,即得供试品的相对密度。



如该比重秤系在 4° C时相对密度为 1,则用水校准时游码应悬挂于 0.9982 处,并应将在 20° C测得的供试品相对密度除以 0.9982。

三、振荡型密度计法

振荡型密度计主要由 U 型振荡管(一般为玻璃材质,用于放置样品)、电磁激发系统(使振荡管产生振荡)、频率计数器(用于测定振荡周期)和控温系统组成。

通过测定 U 型振荡管中液体样品的振荡周期(或频率)可以测得样品的密度。振荡频率 (T)与密度(p)、测量管常数(c)、振荡管的质量(M)和体积(V)之间存在下述关系:

$$T^2 = \frac{M + \rho \times V}{c} \times 4\pi^2$$

如 果 将 $c'(4\pi^{c} \times V)$ 定义为常数 A, M/V 定义为常数 B, 则上述公式可简化如下:

$$\rho = A \times T^2 - B$$

常数 A 和 B 可以通过往振荡管中加入两种已知密度的物质进行测定,常用的物质为脱气水(如新沸过的冷水)和空气。分别往样品管中加入干燥空气和脱气水(如新沸过的冷水),记录测得的空气的振动周期 T 和水的振动周期 T_w ,由下式计算出空气的密度值 d_a :

$$d_a = 0.001\ 293 \times \frac{273.15}{t} \times \frac{p}{101.3}$$

式中 d。为测试温度下的空气密度, g/ml;

- t 为测试温度, K:
- p 为大气压, kPa。

从附表中查出测得温度下水的密度值 da, 照下述公式分别计算出常数 A 和常数 B:

$$A = \frac{T_{w}^{2} - T_{s}^{2}}{d_{w} - d_{s}}$$

$$B = T_{s}^{2} - A \times d_{s}$$

式中 Tw为试管内为水时观测的振荡周期, s:

- Ta为试管内为空气时观测的振荡周期, s;
- dw 为测试温度下水的密度, g/ml;
- da 为测试温度下空气的密度, g/ml;

如果使用其他校准液体,则使用相应的振荡周期T值和d值。

如果仪器具有从常数 A 和 B 以及样品测得的振动周期计算密度的功能,则常数 A 和 B 无需计算,按照仪器生产商的操作说明直接读取供试品的密度值。

物质的相对密度可根据下式计算:

相对密度=ρ/0.9982

式中 ρ为被测物质在 20℃时的密度; 0.9982 为水在 20℃时的密度。

对仪器的一般要求 用于相对密度测定的仪器的读数精度应不低于士 0.001g/ml,并应定期采用已知密度的两种物质(如空气和水)在 20℃(或各品种正文项下规定的温度)下对仪器常数进行校准。建议每次测量前用脱气水(如新沸过的冷水)对仪器的读数准确性进行确认,可根据仪器的精度设定偏差限度,例如精确到 ±00001g/ml 的仪器,水的测定值应在 0.9982g/ml±00001g/ml 的范围内,如超过该范围,应对仪器重新进行校准。

测定法 照仪器操作手册所述方法,取供试品,在与仪器校准时相同的条件下进行测定。测量时应确保振荡管中没有气泡形成,同时还应保证样品实际温度和测量温度一致。

如必要,测定前可将供试品温度预先调节至约 20℃(或各品种正文项下规定的温度),这样可降低在 U 型振荡管中产生气泡的风险,同时可缩短测定时间。

黏度是影响测量准确度的另一个重要因素,在进行高黏度样品的测定时,可选用具有 黏度补偿功能的数字式密度计进行测定,或者选取与供试品密度和黏度相近的密度对照物质 (密度在供试品的土 5%、黏度在供试品的士 50%的范围内)重新校准仪器。

附表 不同温度下水的密度值

| 温度 | 密度 | 温度 | 密度 | 温度 | 密度 |
|-------|-----------|--------|------------|-------|------------|
| (℃) | (g/ml) | (°C) | (g/ml) | (°C) | (g/ml) |
| 0.0 | 0.999 840 | 21.0 | 0.997991 | 40.0 | 0.992 212 |
| 3.0 | 0.999 964 | 22.0 | 0. 997 769 | 45.0 | 0.990 208 |
| 4.0 | 0.999 972 | 23.0 | 0.997 537 | 50.0 | 0.988 030 |
| 5.0 | 0.999964 | 24.0 | 0.997 295 | 55.0 | 0.985 688 |
| 10.0 | 0.999699 | 25.0 | 0.997 043 | 60.0 | 0. 983 191 |
| 15.0 | 0.999 099 | 26.0 | 0.996 782 | 65.0 | 0. 980 546 |
| 15.56 | 0.999012 | 27.0 | 0.996 511 | 70.0 | 0. 977 759 |
| 16.0 | 0.998 943 | 28.0 | 0.996 231 | 75. 0 | 0. 974 837 |
| 17.0 | 0.998 774 | 29.0 | 0.995 943 | 80.0 | 0. 971 785 |
| 18.0 | 0.998 595 | 30.0 | 0.995 645 | 85. 0 | 0.968 606 |
| 19.0 | 0.998 404 | 35.0 | 0.994 029 | 90.0 | 0.965 305 |
| 20.0 | 0.998 203 | 37. 78 | 0.993 042 | 100 | 0. 958 345 |