

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

## *Рефрактометрия.*

---

*Определение концентрации растворов с помощью рефрактометра*

**Цель работы:** определение показателя преломления вещества с помощью рефрактометра и по калибровочному графику находить неизвестную концентрацию раствора, определять с помощью рефрактометра концентрацию раствора глюкозы с поправкой на температуру.

Порядок работы на рефрактометре ИФР 454-Б2М (<https://www.youtube.com/watch?v=DAOSmXFnbHs&t=2s>)

**Оборудование и реактивы:** рефрактометр: глюкоза (твердая); дистиллированная вода; мерные колбы; стаканчики; пипетки; штатив с пробирками; аналитические весы; фильтровальная бумага.



### Физические свойства глюкозы

Белое кристаллическое вещество сладкого вкуса, хорошо растворимое в воде.



«виноградный сахар»

## Теоретическое введение

При прохождении света через границу раздела двух сред падающий луч света  $AO$  разделяется, как правило, на два луча - отраженный луч  $OB$  и преломленный луч  $OD$  (рис.1).

Направления этих лучей определяются следующими законами *отражения и преломления* света:

1. Луч  $OA$ , падающий на поверхность, нормаль к поверхности в точке падения  $P_1OP$ , луч отраженный  $OB$  и луч, преломленный  $OD$  лежат в одной плоскости.
2. Угол отражения  $POB$  численно равен углу падения  $POA$ .
3. Для данных двух сред отношение синуса угла падения « $i$ » к синусу угла преломления « $r$ » равно отношению скорости света в первой среде  $\vartheta_1$  к скорости света во второй среде  $\vartheta_2$  и называется *относительным показателем преломления* второй среды по отношению к первой  $n_{21}$ :

$$\frac{\sin i}{\sin r} = \frac{\vartheta_1}{\vartheta_2} = n_{21} \quad (1)$$

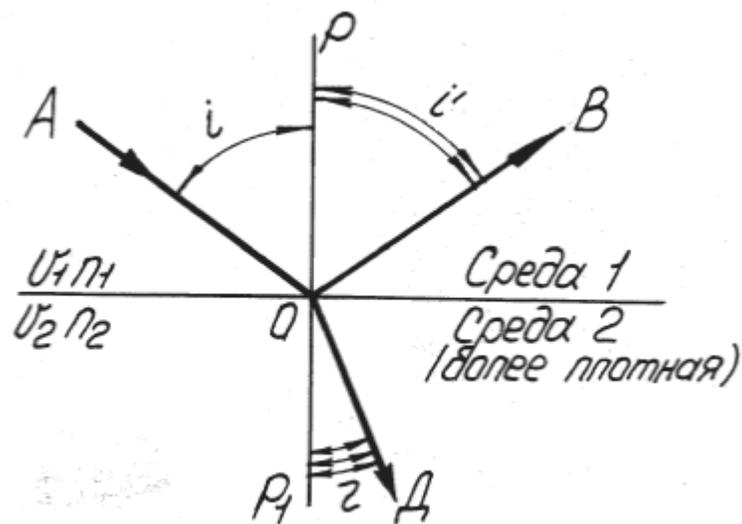


Рис.1. Ход лучей из среды оптически менее плотной  $n_1$  в среду оптически более плотную  $n_2$  ( $n_2 > n_1$ )

Показатель преломления какого - либо вещества по отношению к вакууму называется *абсолютным показателем преломления* данного вещества или просто показателем преломления.

Для первой среды абсолютной показатель преломления  $n_1$  равен  $n_1 = \frac{c}{g_1}$  для второй -  $n_2 = \frac{c}{g_2}$ . (2)

Тогда  $n_{21} = \frac{n_2}{n_1}$  (3)

Абсолютный показатель преломления вещества зависит от его диэлектрической  $\epsilon$  и магнитной проницаемостей  $\mu$ , от частоты падающего света. Из электромагнитной теории света следует, что скорость света в любой среде определяется по формуле:

$$v = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot \epsilon \cdot \mu}}$$

где  $\epsilon_0$ ,  $\mu_0$  - электрическая и магнитная постоянные,  $\epsilon$ ,  $\mu$  - диэлектрическая и магнитная проницаемости вещества.

Т.к. для вакуума  $\epsilon = \mu = 1$ , то скорость света в вакууме равна

$$c = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0 \cdot \mu_0}}$$

Из формулы (2)  $v = \frac{c}{n}$ , следует, что абсолютный показатель преломления вещества равен  $n = \sqrt{\epsilon \cdot \mu}$

Из формул (1) и (3) имеем:

$$\frac{\sin i}{\sin r} = \frac{n_2}{n_1} \quad \text{или} \quad n_1 \sin i = n_2 \sin r$$

Из формулы (4) следует:

1. Если луч света проходит из среды оптически более плотной в среду оптически менее плотную ( $n_1 > n_2$ ), то  $\sin r > \sin i$  и  $r > i$  (рис.2).

В этом случае существует такой наименьший угол падения  $i_2$  называемый *предельным углом падения*  $i_{np}$ , при котором преломленный луч идёт по границе раздела двух сред, т.е.  $r_2 = \frac{\pi}{2}$

тогда: 
$$\frac{\sin i_{np}}{\sin \frac{\pi}{2}} = \frac{n_2}{n_1} \quad \text{или} \quad \sin i_{np} = \frac{n_2}{n_1} \quad (5)$$

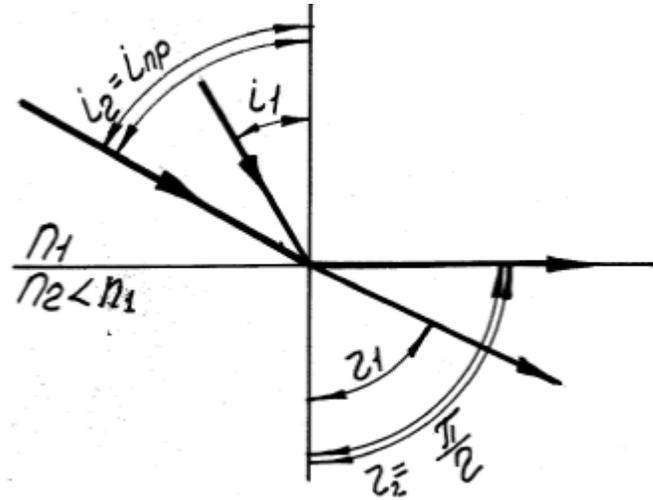


Рис. 2. Ход лучей из среды оптически более плотной  $n_1$  в среду оптически менее плотную  $n_2$  ( $n_2 < n_1$ ) – явление полного внутреннего отражения

При углах падения  $i > i_{кр}$  все падающие лучи полностью отражаются. Это явление называется *полным внутренним отражением*.

2. Если луч света проходит в обратном направлении, т.е. из среды оптически менее плотной в среду оптически более плотную ( $n_2 < n_1$ ), то  $\sin r < \sin i$   $r < i$

тогда наибольшему углу падения  $i_2 = \frac{\pi}{2}$  будет соответствовать наибольший угол преломления  $r_{np}$ , называемый *предельным углом преломления*  $r_{np}$

В этом случае все преломленные лучи находятся в пределах угла  $r_{np}$  (рис.3).

Тогда 
$$\frac{\sin i_2}{\sin r_{np}} = \frac{\sin \frac{\pi}{2}}{\sin r_{np}} = \frac{n_1}{n_2}$$
 или 
$$\sin i_{np} = \frac{n_2}{n_1}$$
 (6)

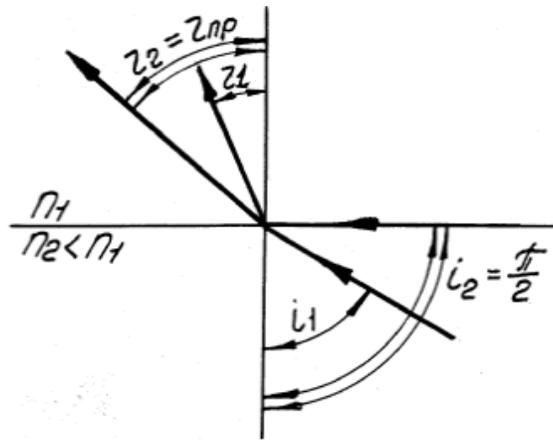


Рис. 3. Ход лучей из среды оптически менее плотной  $n_2$  в среду оптически более плотную  $n_1$  ( $n_2 < n_1$ ) – явление предельного преломления

Из (5) и (6) видно,  $i_{np} = r_{np} = \beta_{np}$ , что соответствует принципу обратимости хода лучей.

На явлениях полного внутреннего отражения и предельного преломления основано устройство приборов для определения показателя преломления различных жидкостей, называемых *рефрактометрами*. Основными частями прибора являются призмы АБЗ и ГДЕ (рис. 4 а и 4 б) с известными показателями преломления и зрительная труба Т. В зрительную трубу вмонтирован компенсатор, предотвращающий образование спектра.

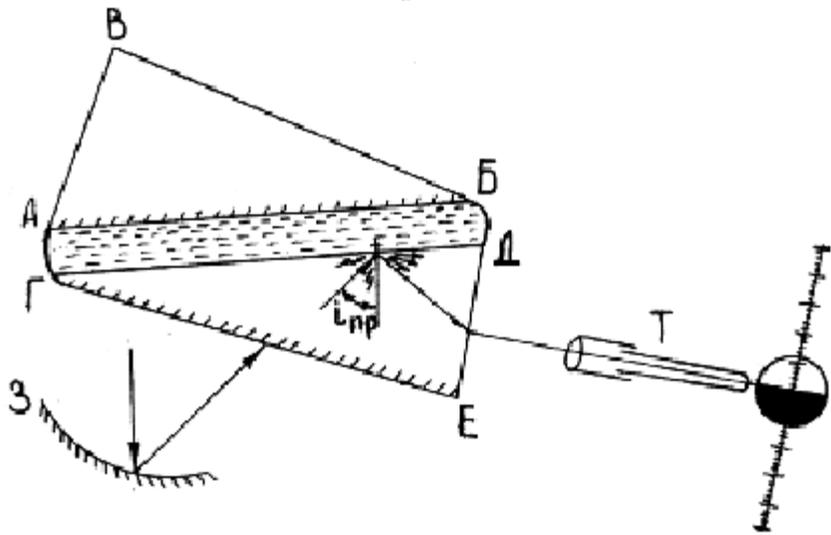


Рис. 4а

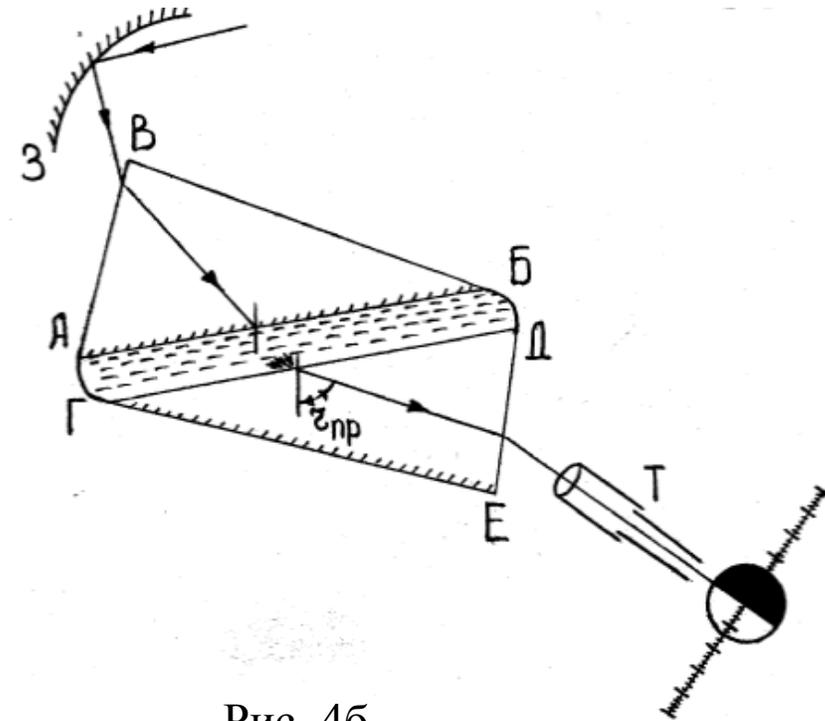


Рис. 4б.

Капля исследуемой жидкости вводится в зазор между двумя призмами  $ABB$  и  $ГДЕ$ , изготовленным из стекла с высоким показателем преломления, и растекается между ними.

При определении показателя преломления на основе явления полного внутреннего отражения (мутных или окрашенных растворов рис.4а) пучок световых лучей от источника света направляется снизу на грань  $ГЕ$ . Так как грань  $ГЕ$  матовая, то рассеянные лучи, входя в призму  $ГДЕ$ , достигают грань  $ГД$  под самыми различными углами (от 0 до  $\pi/2$ ).

Те из лучей, которые падают на поверхность  $ГД$  под углом меньшим предельного преломляются и проходят в жидкость и далее в призму  $ABB$ . Те лучи, которые падают на слой жидкости под углом большим предельного, претерпят на грани  $ГД$  призмы  $ГДЕ$  полное внутреннее отражение и выйдут через грань  $ДЕ$ .

В поле зрения трубы  $T$ , поставленной на пути этих лучей, будут наблюдаться две области: верхняя, ярко освещенная и нижняя - тёмная. По границе светотени определяют  $i_{np}$ . А так как показатель преломления призмы  $n_1$  известен, то шкала рефрактометра градуируется исходя из формулы (5) непосредственно в значениях показателя преломления исследуемой жидкости  $n_2 = n_1 \cdot \sin i_{np}$ .

## Ход лучей в рефрактометре на основе явления полного внутреннего отражения (обычно при определении показателя преломления мутных или окрашенных растворов)

При определении показателя преломления на основе явления предельного преломления (рис.4б) луч света от источника света падает через грань  $AB$  на матовую грань  $AB$ . Рассеянный пучок света падает на грань  $ГД$  под различными углами (от 0 до  $\frac{\pi}{2}$ ) и из жидкости переходит в стекло, где распространяется в пределах угла  $\Gamma_{np}$ ,

Поле зрения трубы, разделяется на светлую нижнюю и тёмную верхнюю части.

## Ход лучей в рефрактометре на основе явления предельного преломления

Вращая систему призм и трубу друг относительно друга, добиваются совмещения и тёмного поля с перекрестием нитей (или тремя штрихами зрительной трубы в зависимости от типа рефрактометра).

По положению границы раздела светлой и темной частей поля зрения (граница светотени) можно судить о величине предельного угла  $\Gamma_{np}$ , а так как согласно (5) и (6) искомый показатель преломления  $n_2 = n_1 \cdot \sin \beta_{np}$  и показатель преломления призмы  $n_1$  известен, то неподвижный круг рефрактометра градуируют непосредственно в значениях показателя преломления исследуемой жидкости  $n_2$ .

Показатель преломления жидкости зависит от её состава. Поэтому, измеряя с помощью рефрактометра показатель преломления  $n_2$ , можно судить о степени чистоты данного вещества или концентрации раствора, что используется в клинической лабораторной диагностике, в фармации, в медико-профилактических, стоматологических, экологических и других исследованиях.

## Учет температуры

Для жидкостей и газов при повышении температуры ( $t$ ) величина показателя преломления уменьшается, при понижении – увеличивается. При изменении температуры на  $1^\circ\text{C}$  показатель преломления разбавленного водного раствора изменяется приблизительно на 0,0001.

Явление полного внутреннего отражения используется в волоконной оптике, сущность которой состоит в следующем. Стеклянная нить покрывается слоем оптически менее плотного вещества. Луч света, падающий на торец такой нити проходит через всю нить, испытывая многократные полные внутренние отражения от её боковой поверхности и выходит через другой её торец независимо от того, каким образом изогнута нить. Жгут, составленный из множества таких нитей, образует световод, позволяющий как угодно искривлять путь светового пучка. По части световода обычно пускают внутрь пучок света, отраженные лучи от исследуемого внутреннего объекта дают на выходе другой части световода изображение предмета.

## Экспериментальная часть

### Последовательность выполнения работы

Для определения неизвестной концентрации глюкозы (в работе даны для исследования три различных раствора –  $X$  1%,  $X$  2% и  $X$  3% с помощью рефрактометра получают сначала показатель преломления растворов известной концентрации (0% - 10%), а затем - исследуемых растворов ( $X$  1%,  $X$  2% и  $X$  3%). После этого строится калибровочный график зависимости показателя преломления от известных концентрации 0%, 20%, 40% и 60% (аналогичный рис.5). По калибровочному графику по измеренным значениям показателя преломления исследуемых растворов находят их концентрации .

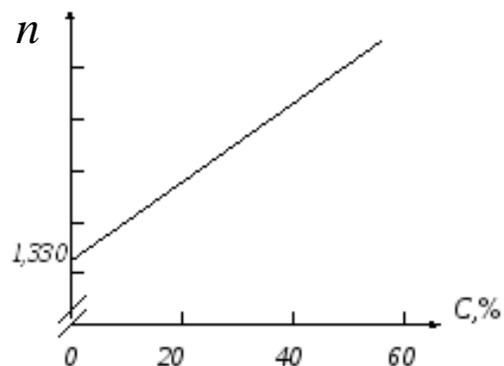


Рис. 5 Калибровочный график зависимости показателя преломления ( $n$ ) от концентрации ( $c$ )

## Ход работы

1. На аналитических весах взвесить 10 навесок сахара массой 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 и 1,0 г поместить их в разные пробирки (способ отдельно взятых навесок). В каждую пробирку прилить 10 мл дистиллированной воды, отмерив пипеткой, содержимое пробирки тщательно перемешать.
2. Поместить одну-две капли исследуемого раствора между призмами рефрактометра (см. инструкцию к рефрактометру).

После этого измеряют показатель преломления испытуемого раствора выданного преподавателем.

Пользуясь калибровочной кривой, находят концентрацию сахарозы в испытуемом растворе.

3. Вращением окуляра получить четкое изображение шкал рефрактометра.
4. Перемещением рукоятки с окуляром вдоль шкалы вверх или вниз ввести в поле зрения границу светотени.
5. Поворотом рычага осветителя и вращением осветителя на оси добиться максимальной контрастности границы светотени.
6. Вращением ручки дисперсионного компенсатора устранить окрашенность границы раздела светотени.
7. Вращением ручки (рукоятки) с окуляром подвести к центру перекрестия линий в окуляре прибора (или у некоторых рефрактометров – к трем горизонтально расположенным штрихам) границу светотени .
8. По границе светотени по левой шкале прибора произвести отсчет показателя преломления исследуемого раствора.
9. Для каждого раствора с известными и неизвестными концентрациями глюкозы; произвести измерения 3 раза и данные занести в табл. 1.
10. Построить график зависимости средних значений показателя преломления от известных концентраций растворов.
11. По графику, зная показатели преломления неизвестных растворов, найти их концентрации ( $\omega_{x1}$  ,  $\omega_{x2}$  ,  $\omega_{x3}$ ) и данные занести в таблицу 1.



## Показатели преломления водных растворов глюкозы



## Обсуждение результатов

Таблица 2

### Показатели преломления водных растворов неизвестной концентрации глюкозы

$\omega, \%$	X 1	X 2	X 3
$n_1$	1,3350	1,3380	1,3470
$n_2$			
$n_3$			
Среднее $n$			
Концентрация растворов $\omega_x$ :			

## Обработка экспериментальных данных

Анализируя калибровочную кривую, делаем вывод: показатели преломления  $n = 1,3350$ ;  $n = 1,3380$ ;  $n = 1,3440$  имеют растворы с концентрацией.....

## Поправка на температуру при определении сахара в растворе по правой шкале

Температура раствора в °С	Процент содержания сахара в растворе						
	0%	5%	10%	15%	20%	25%	30%
От найденного содержания сахара по прибору необходимо отнять вышеуказанные значения концентрации							
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28
17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07
К найденному содержанию сахара необходимо прибавить нижеуказанные значения концентрации							
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,37	0,38	0,39
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,47
27	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56
28	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,62	0,63

## Оформление отчета по лабораторной работе

- название и цель работы;
- перечисление оборудования и реактивов;
- краткое описание проведения эксперимента;
- результаты исследования и расчеты (уравнения должны быть приведены в общем виде и с подставленными данными). Результаты исследования и расчетов должны быть сведены в соответствующие таблицы);
- графическая обработка экспериментальных данных (графики должны выполняться только на миллиметровой бумаге).
- вывод.

## Контрольные вопросы

1. Что называется рефракцией?
2. На чем основан рефрактометрический метод анализа?
3. Достоинства и области применения рефрактометрии?
4. Какими способами проводят рефрактометрический анализ?
5. Абсолютный и относительный показатели преломления.
6. Предельный угол преломления.
7. Рефрактометр, его назначение и устройство.