**Лабораторна робота № 2**

**Тема: Кількісний та якісний аналіз неорганічних та сполук за допомогою рефрактометрії**

**Мета:** вивчити основи рефрактометричного аналізу, засвоїти роботу на рефрактометрі RL-3. Навчитися визначати ***n*** за допомогою рефрактометра і розрахувати концентрацію речовини за калібрувальним графіком, навчитися проводити структурний аналіз сполук за молекулярною рефракцією.

**Завдання № 1**. Визначення концентрації розчинів за методом градуювальної залежності.

*Прилади та реактиви:* рефрактометр RL-3, розчини різної концентрації CaCІ2, KCl, NaCI, NaBr, Kl, етиловий спирт, вата, піпетки, фільтрувальний папір, міліметровий папір.

***Хід роботи***

Таблиця № 1. Залежність показника заломлення від концентрації при н.у.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Речовина | 2% | 4% | 6% | 8% | 10% |
| CaCІ2 | 1,3354 | 1,3377 | 1,3400 | 1,3422 | 1,3445 |
| KCl | 1,3357 | 1,3383 | 1,3409 | 1,3434 | 1,3460 |
| NaCI | 1,3364 | 1,3397 | 1,3430 | 1,3462 | 1,3495 |
| NaBr | 1,3350 | 1,3383 | 1,3436 | 1,3462 | 1,3492 |
| КІ | 1,3356 | 1,3382 | 1,3408 | 1,3434 | 1,3460 |

Після вивчення інструкції з експлуатації рефрактометра RL-3 (рис. 3), і здачі правил роботи викладачеві, виміряти показники заломлення розчинів невідомої концентрації (СаСІ2, КСІ, NaCI, NaBr, KІ). Побудувати калібрувальний графік (рис. 5) залежності показника заломлення (***n***) від концентрації (***C***), використовуючи показники заломлення розчинів речовини відомої концентрації (таб. № 1). Використовуючи ***n*** розчину з невідомою концентрацією речовини, визначити концентрацію за графіком.

**Оптична схема рефрактометра**

У рефрактометрі на освітлювальну призму ***3*** від джерела білого світла ***1*** через лінзу ***2*** направляється світловий промінь, який, розсіюючись, проходить через тонкий шар досліджуваної рідини і заломлюється на поверхні вимірної призми ***4*** (рис. 3). Унаслідок дисперсії межа світла й тіні виявляється забарвленою, тому після виходу із вимірної призми на шляху світла встановлюється дисперсійний компенсатор ***5***, складений із трьох призм з різними показниками заломлення. Призми підібрані таким чином, щоб монохроматичний промінь з довжиною хвилі 589,5 мкм не відхилявся після проходження компенсатора. Промені інших довжин хвиль відхиляються в різних напрямках. Переміщаючи компенсатор з допомогою спеціальної ручки, добиваються того, щоб межа світла й тіні стала різкою. Далі промені світла через об’єктив ***6*** і повертаючи призму **7** потрапляють в зорову трубу. При спостереженні межі світла й тіні в окулярі одночасно видно шкалу ***9***, на якій нанесені значення ***n***.

Принцип роботи на рефрактометрі заснований на визначенні показника заломлення методом граничного кута (кут повного відбиття світла).



1 – полірована грань призми

2 – освітлювальна призма

3 – ручка компенсатора дисперсії

4 – термометр

5 – окуляр

6 – кришка

7 – дзеркало підсвічення

8 – ручка переміщення шкали

*Рис. 4. Зовнішня будова RL-3*

Головною деталлю рефрактометра є вимірювальна призма (рис. 4) з оптичного скла, показник заломлення якого відомий. Вхідна грань вимірювальної призми, що стикається з досліджуваною речовиною, служить межею розділу, на якій відбувається заломлення і повне внутрішнє відбиття променя. Через вихідну грань вимірювальної призми в зорову трубу спостерігають переломлення або віддзеркалення світла.

**☝** *Порядок роботи*

1. До початку вимірювань перевіряють чистоту дотичних поверхонь призм.

2. Перевірка нульової точки. На поверхню вимірювальної призми нанести 2-3 краплі дистильованої води, обережно закрити освітлювальну призму. Відкрити освітлювальне віконце і встановити в напрямку найбільшої інтенсивності джерела світла за допомогою дзеркала. Шляхом обертання гвинтів отримати різке, чітке, безбарвне розмежування світлого й темного поля в поле зору окуляра. Обертаючи гвинт, нанести лінію світла і тіні точно до збігу з точкою перетину лінії в верхньому віконці окуляра. Вертикальна лінія в нижньому віконці окуляра вказує результат вимірювання – показник заломлення води при 20 °С дорівнює 1,333. У випадку інших свідчень показник заломлення встановлюють гвинтом на 1,333, а за допомогою ключа (регулювальний гвинт) призводять кордон світла і тіні до точки перетину ліній.

3. Після установки приладу на нульову точку піднімають камеру освітлювальної призми, фільтрувальним папером знімають воду. Потім наносять 1-2 краплі досліджуваного розчину на площину вимірювальної призми, камеру закривають. Обертають гвинти до збігу межі світла й тіні з точкою пересічної лінії. За шкалою в нижньому віконці окуляру роблять відлік коефіцієнта заломлення розчину. Концентрацію розчину визначають за відповідними таблицями. При вимірюванні концентрації розчинів, температура яких відрізняється від 20 °С, слід користуватися іншою таблицею.

4. Після кожного визначення необхідно обидві камери промити водою та витерти насухо фільтрувальним папером або серветкою, між камерами залишити прокладку з тонкого шару вати.

5. Визначення концентрації за таблицями. Існують таблиці для визначення концентрації лікарських засобів, виготовлених ваговим методом. У таблицях наведено коефіцієнти заломлення та відповідні їм концентрації речовин. У деяких таблицях наведені коефіцієнти заломлення з точністю до третього знака. У цьому випадку концентрація, відповідна значенню показника заломлення, взятому з четвертим знаком, визначається інтерполяцією.

*Приклад.* Коефіцієнт заломлення розчину кальцію хлориду – 1,3453. Найближчі показники в таблиці 1,3450 і 1,3460 – відповідні концентрації 10% і 10,9%, різниця між ними (0,9%) дорівнює одиниці третього знака.

*Запобіжні заходи під час роботи.* Найшвидше в приладі виходять з ладу призми, тому необхідно дотримуватися наступних правил безпеки:

1. Перед визначенням ***n*** призми ретельно очищаються від бруду й пилу.

2. Не допускається вимірювання ***n*** кислот і лугів, оскільки вони роз'їдають поверхню призм.

3. Після вимірювань протирають поверхні призм чистою м'якою серветкою, змоченою водою або спиртом, витирають насухо і закладають між призмами невелику суху чисту серветку або вату.

4. Категорично забороняється залишати на тривалий час між призмами досліджувану рідину, особливо розчин кальцію хлориду, оскільки поверхня призм після цього покривається тонким матовим шаром і вимір показника заломлення стає неможливим.

Результати вимірювань заносять в таблицю, за даними якої будують градуйований графік, який має вигляд, представлений на рис. 5.

*Рис. 5. Градуйований графік*

⯑ ***Контрольні запитання:***

1. Що називається абсолютним і відносним показником заломлення? Від чого він залежить?
2. Як визначити показник заломлення на рефрактометрі?
3. Яка будова рефрактометра і принцип його дії? Опишіть оптичну схему рефрактометра.
4. Наведіть формулу для визначення молекулярної рефракції, її розмірність. Якими властивостями володіє молекулярна рефракція?
5. Що називається екзальтацією молекулярної рефракції (ЕМ)?
6. Назвіть переваги та недоліки рефрактометричного методу.
7. Що таке поляризація світла, її види та характеристики?
8. Які джерела світла утворюють поляризоване випромінювання та чому випромінювання нагрітих тіл не є поляризованим?
9. Поясніть залежність кута повороту площини поляризації від довжини хвилі.
10. Перелічіть фактори, які заважають при поляриметричних вимірах.