

Лабораторна робота № 1

Мета: вивчити основи рефрактометрично аналізу, засвоїти роботу на рефрактометрі RL-3. Навчитися визначати показник заломлення за допомогою рефрактометра і розрахувати концентрацію речовини за калібрувальним графіком і за рефрактометричним фактором, а також навчитися проводити структурний аналіз сполук за молекулярною рефракцією.

Завдання № 1. Визначення концентрації розчинів за методом градуувальної залежності.

Прилади та реактиви: рефрактометр RL-3, розчини різної концентрації CaCl_2 , KCl , NaCl , NaBr , KI , етиловий спирт, вата, піпетки, фільтрувальний папір, міліметровий папір.

Хід роботи:

Після вивчення інструкції з експлуатації рефрактометра RL-3 (рис. 5), і здачі правил роботи викладачеві, виміряти показники заломлення розчинів не відомої концентрації (CaCl_2 , KCl , NaCl , NaBr , KI). Побудувати калібрувальний графік залежності показника заломлення (n) від концентрації (C), використовуючи показники заломлення розчинів речовини відомої концентрації (див. рис. 6, таб. № 1). Використовуючи показник заломлення розчину з невідомою концентрацією речовини, визначити концентрацію за графіком.

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

Речовина	2%	4%	6%	8%	10%
CaCl_2	1,3354	1,3377	1,3400	1,3422	1,3445
KCl	1,3357	1,3383	1,3409	1,3434	1,3460
NaCl	1,3364	1,3397	1,3430	1,3462	1,3495
NaBr	1,3350	1,3383	1,3436	1,3462	1,3492
KI	1,3356	1,3382	1,3408	1,3434	1,3460

Оптична схема рефрактометра

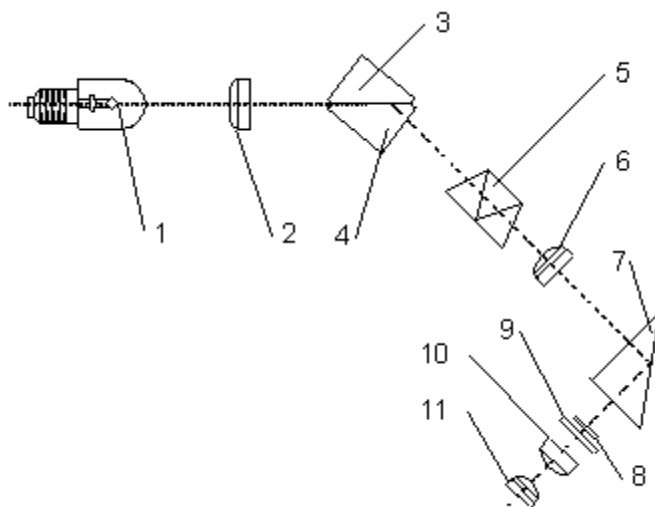
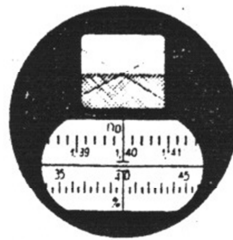
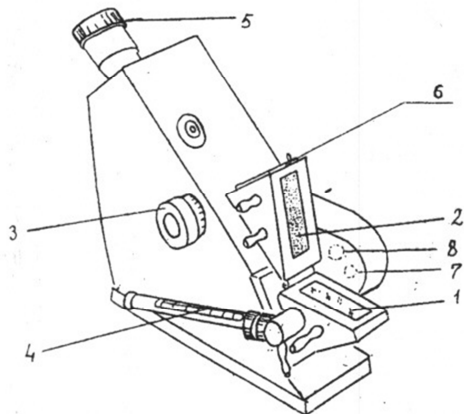


Рис. 5. Схема рефрактометра RL-3

В 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. 5). Внаслідок дисперсії межа світла і тіні виявляється забарвленою, тому після виходу із вимірної призми на шляху світла встановлюється

дисперсійний компенсатор **5**, складений з 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 і тіні стала різкою. Далі промені світла через об'єтив **6** і повертаючи призму **7** попадають в зорову трубу. При спостереженні межі світла і тіні в окулярі одночасно видно шкалу **9**, на якій нанесені значення показника заломлення.



- 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. 6. Зовнішня будова RL-3

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

Головною деталлю рефрактометра є вимірювальна призма (рис. 6) з оптичного скла, показник заломлення якого відомий. Вхідна грань вимірювальної призми, що стикається з досліджуваною речовиною, служить кордоном 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 і 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 рівний 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, фільтрувальної папером, марлевою або фланелевою серветкою знімають воду. Потім наносять 1-2 краплі досліджуваного розчину на площину вимірювальної призми, камеру закривають. Обертають гвинти до збігу кордону світла і тіні з точкою пересічення ліній. 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 і 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 при роботі. Найшвидше в приладі виходять з ладу призми, тому необхідно дотримуватися наступних правил безпеки при поводженні з ними:

1. Перед визначенням показника заломлення призми ретельно очищаються від бруду і пилу.

2. Не допускається вимірювання показників заломлення кислот і лугів, так як 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, так як поверхня призм після цього покривається тонким матовим шаром і вимір показника заломлення стає неможливим.

Результати вимірювань заносять в таблицю, за даними якої будують градуирований графік, який має вигляд, представлений на рис. 7.

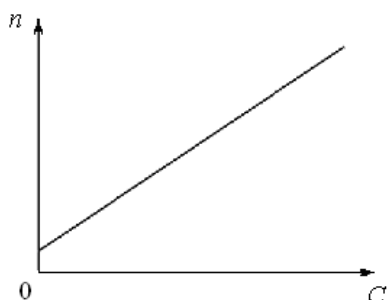


Рис. 7. Градуирований графік

Завдання № 2. Визначення концентрації розчину хлориду натрію за рефрактометричним фактором.

Прилади та реактиви: рефрактометр RL-3, розчини хлориду натрію 2 % і 4%, етиловий спирт, вата, серветки, піпетки.

Хід роботи:

Виміряти показник заломлення розчину хлориду натрію і, розрахувавши рефрактометричний фактор за формулою 1, визначити концентрацію розчину хлориду натрію, який аналізується за формулою 2

$$F = \frac{(n_{4\%NaCl} - n_{2\%NaCl})}{4-2} \quad (1)$$

$$C = \frac{n_p - n_0}{F} \quad (2), \text{ де}$$

n_p – показник заломлення розчину; n_0 – показник заломлення розчинника;

F – аналітичний рефрактометричний фактор, який показує збільшення показника заломлення при зростанні концентрації розчину на 1 %.

Завдання № 3. Теоретично, використовуючи формулу молекулярної рефракції, навчіться проводити структурний аналіз сполук.

Приклад 1. Досліджувана сполука має склад $C_6H_{11}Cl$. Показник заломлення і щільність відповідно дорівнюють $n_D^{20}=1,4626$ і $d_D^{20}= 1.0000$. Обчисліть молекулярну рефракцію за формулою 3:

$$R_D = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{M}{\rho} \quad (3), \text{ де } n - \text{показник заломлення розчину};$$

ρ – щільність розчину;

M – молекулярна маса.

Так як R володіє властивістю адитивності, її можливо обчислити сумуючи ряд постійних доданків (формула 4):

$$R_{add} = \sum_j R_j \quad (4)$$

Визначте структуру даної сполуки. При вирішенні цього завдання використовуйте таблиці Ейзенлора (додатоки, табл. 2).

Приклад 2. Встановлено, що сполука має брутто-формулу $C_{10}H_{18}O$. $\rho_4^{20}=0.8954$, $n_D^{20}= 1,4505$. Вирахувавши R і використовуючи значення R_{add} (за таблицями атомних рефракцій Ейзенлора), визначте до якого класу органічних сполук відноситься досліджуваний розчин.

Приклад 3. Визначте структуру вуглеводнів C_6H_8 один з яких має $\rho_4^{20}= 0,6806$ і $n_D^{20}= 1,4191$. а інший – $\rho_4^{20}=0,6830$ і $n_D^{20}= 0,4280$. При розрахунках використовувати таблиці атомних рефракцій за Ейзенлором.