

## «РЕФРАКТОМЕТРИЯ»

Рефрактометрический метод анализа основан на зависимости показателя преломления ( $n$ ) от концентрации растворов (чаще всего двухкомпонентных). Этот метод характеризуется относительной простотой аппаратуры и техники выполнения при высокой точности измерения показателя преломления. Приборы, предназначенные для измерения  $n$ , называются рефрактометрами и позволяют устанавливать показатель преломления с точностью до  $1 \cdot 10^{-4}$ , т.е. до 0,01% от измеряемой величины. Рефрактометрия – пример оптического экспрессного микрометода: для измерения показателя преломления достаточно 1-2 капель исследуемой жидкости, определение занимает всего несколько минут.

Цель работы: освоить методику рефрактометрического определения концентрации двухкомпонентных растворов, проверить выполнение закона аддитивности рефракции растворов.

Приборы и оборудование: рефрактометр ИРФ-454-Б2М, пипетки на 1, 2, 5 мл, глазная пипетка, пробирки, бюксы.

Выполнение работы: Изучаются рефрактометрические свойства двухкомпонентной системы, указанной преподавателем (это могут быть, например, системы вода – пропанол-1, пропанол-2 – бутанол-1, вода – этанол и т.п.).

Если не указано преподавателем иное, готовят следующие растворы (табл.1):

Таблица 1. Составы исследуемых растворов.

№ раствора	Объем 1-го компонента, мл	Объем 2-го компонента, мл
1	3,0	0
2	2,5	0,5
3	2,0	1,0
4	1,5	1,5
5	1,0	2,0
6	0,5	2,5
7	0	3,0

Для всех растворов измеряют показатель преломления, причем для каждого раствора измерения проводят трижды и в качестве окончательного берут среднее арифметическое значение. Далее для всех растворов измеряют плотность ( $\rho$ ) в  $\text{г/см}^3$  путем взвешивания в бюксе точно отмеренного с помощью пипетки объема жидкости. Исходя из полученных значений  $n$  и  $\rho$  для каждого раствора вычисляют удельную рефракцию  $r$  ( $\text{см}^3/\text{г}$ ):

$$r = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{1}{\rho}$$

С использованием значений плотности растворов для каждого раствора рассчитывают, исходя из объемов, указанных в табл. 1, массы компонентов и массовую долю 1-го компонента ( $\omega_1$ ). Для всех исследуемых жидкостей, кроме чистых компонентов, рассчитывают теоретическое значение удельной рефракции ( $r_a$ ) согласно правилу аддитивности:

$$r_a = r_1 \cdot \omega_1 + r_2 \cdot (1 - \omega_1),$$

где  $r_1$  и  $r_2$  – удельные рефракции чистых 1-го и 2-го компонентов.

Полученные результаты заносят в табл. 2.

Строят графики зависимостей показателя преломления и удельной рефракции от массовой доли 1-го компонента –  $n = f(\omega_1)$ ,  $r = f(\omega_1)$  и  $r_a = f(\omega_1)$ , причем последние две зависимости отображают на одном графике.

Таблица 2. Показатели преломления, плотности и удельные рефракции растворов.

№ раствора	$n_1$	$n_2$	$n_3$	$n_{\text{ср}}$	$\rho$	$\omega_1$	$r$	$r_a$
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								

График зависимости аддитивной удельной рефракции от массовой доли –  $r_a = f(\omega_1)$  – представляет собой прямую линию.

По графику, содержащему зависимости  $r = f(\omega_1)$  и  $r_a = f(\omega_1)$  анализируют степень отклонения экспериментальной удельной рефракции от правила аддитивности и предполагаемые причины наблюдаемых отклонений.

По характеру (степени линейности) зависимостей  $n = f(\omega_1)$  и  $r = f(\omega_1)$  делают вывод о диапазоне концентраций, в котором возможно использование рефрактометрического метода для количественного определения состава данной двухкомпонентной системы.

Контрольный опыт. Получают от преподавателя контрольную пробу, представляющую собой исследуемую двухкомпонентную систему, измеряют ее показатель преломления, плотность, рассчитывают удельную рефракцию пробы и по графикам зависимостей  $n = f(\omega_1)$  и  $r = f(\omega_1)$  находят состав пробы (концентрации компонентов). Получив от преподавателя истинное значение концентраций, рассчитывают относительную ошибку.

#### Контрольные вопросы к лабораторной работе «Рефрактометрия»

1. Что называют показателем преломления среды?
2. Как связан показатель преломления с диэлектрической проницаемостью среды?
3. Какую величину называют мольной рефракцией? Какова связь мольной и удельной рефракции?
4. Какова размерность мольной рефракции? Каков физический смысл этой размерности?
5. Почему рефракцию называют характеристической константой вещества? От каких факторов она не зависит, и каким свойством вещества определяется?
6. Что представляет собой правило аддитивности рефракции? Какие возможны варианты аддитивных схем расчета? Как его используют для установления строения молекул?
7. Что такое явление экзальтации рефракции? Как оно связано со строением молекул и их поляризуемостью?
8. Каким закономерностям подчиняется рефракция растворов? В каких случаях эти закономерности не соблюдаются?
9. Каково практическое применение рефрактометрических методов в аналитической химии и химической технологии?

#### ЛИТЕРАТУРА

1. *Коренман Я.И.* Практикум по аналитической химии. Оптические методы анализа. Воронеж, 1989. – С. 112-141.
2. Практикум по физической химии / Под ред. *Н.К. Воробьева*. М.: Химия, 1975. – С. 33-61.
3. Практические работы по физической химии / Под ред. *К.П. Мищенко, А.А. Равделя, А.М. Пономаревой*. Л.: Химия, 1982. – 400 с.
4. *Иоффе Б.В.* Рефрактометрические методы химии. Л.: Химия, 1974. – 400 с.