Návody na laboratorní cvičení z analytické chemie	
Název úlohy:	Refraktometrie a polarimetrie
Úkol:	Stanovení koncentrace sacharosy

Princip:

1) Refraktometrie

Základem refraktometrie je meření indexu lomu. Průchod světla rozhraním dvou prostředí o indexech lomu n_1 a n_2 se řídí Snellovým zákonem :

$$\frac{\sin\alpha}{\sin\beta} = \frac{n_2}{n_1}$$ kde α je úhel dopadu, β je úhel lomu

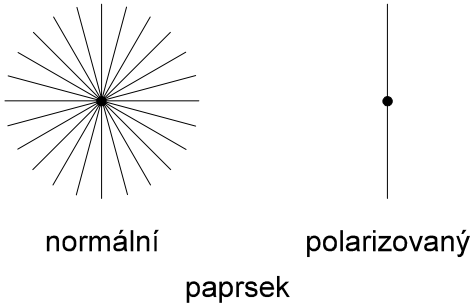
Protože hodnota relativního indexu lomu vzduchu se rovná 1, můžeme použít vztah:

$$\frac{\sin\alpha}{\sin\beta} = n$$

Index lomu se měří pomocí refraktometru. Měření je založeno na stanovení hodnoty mezního úhlu. Při nastavení do polohy odpovídající meznímu úhlu se v dalekohledu objeví rozhraní mezi světlem a stínem, které nastavíme do průsečíku obou vláken nitkového kříže. Z polohy dalekohledu při tomto nastavení je možno odečíst hodnotu mezního úhlu a pomocí něho zjistit index lomu - stupnice je kalibrovaná již přímo v těchto hodnotách. Velikost indexu lomu závisí v daném prostředí na vlnové délce záření (nejčastěji se měří při λ čáry D sodíku, což je 589 nm) a dále na teplotě vzorku. Indexu lomu lze využít také při kvantitativní analýze, protože mezi indexem lomu a koncentrací látky v roztoku platí lineární vztah. Metodou kalibrační křivky pak lze stanovit koncentraci daných vzorků.

2) Polarimetrie

Polarimetrie je optická analytická metoda založená na měření stočení roviny polarizovaného světla opticky aktivním vzorkem. Světelný paprsek lze popsat jako vlnu kmitající ve všech rovinách. Tuto vlnu lze změnit na vlnu polarizovanou, tj. kmitající pouze v rovině jedné. Pří pohledu ve směru šíření se nám jeví kmity v jedné úsečce kolmé na směr šíření.



Polarizované světlo vzniká ze světla normálního v polarizátoru. Ke vzniku tohoto světla může dojít například dvojlomem. Některé krystaly představují pro průchod světla anizotropní prostředí (rychlost šíření světla je v různých směrech různá). Díky tomu dojde k rozštěpení jednoho paprsku na dva. Tato vlastnost se nazývá dvojlom. Má ji například krystal islandského vápence. Při průchodu světla hranolem (tzv. Nicolův hranol) dojde k rozdělení světla na dva paprsky řádný (řídící se zákonem lomu) a mimořádný. Oba tyto paprsky jsou plně polarizované. Paprsek řádný kmitá v rovině kolmé k nákresně a paprsek mimořádný kmitá

v rovině rovnoběžné s nákresnou. Nejjednodušší přístroj pro měření stočení roviny polarizovaného světla je kruhový polostínový polarimetr. Jako zdroj záření se využívá sodíková výbojka. Záření z této výbojky prochází přes kolimační čočku na polarizátor (Nicolův hranol), kde dojde ke vzniku polarizovaného světla. polarizované světlo se vede ke kyvetě se vzorkem, kde dojde ke stočení jeho roviny. Úhel otočení se detekuje druhým nicolem tzv. analyzátorem. Tento hranol se musí otočit tak, aby jas zorného pole dalekohledu zůstal stejný jako při průchodu světla kyvetou s čistým rozpouštědlem. Úhel stočení roviny polarizovaného světla α se odečte na stupnici analyzátoru.

Pro většinu běžných látek je tabelovaná hodnota tzv. měrné (specifické) otáčivosti $[\alpha]^t$. Tyto hodnoty jsou uváděny pro teplotu t (nejčastěji 20 ^{o}C) a pro spektrální dvojčáru sodíkový dublet D (589,0/589,6 nm). Vztah mezi naměřenou hodnotou otáčivosti α a touto veličinou lze popsat jako :

$$\alpha = [\alpha]^t \cdot b \cdot c$$

kde b je délka optického prostredí v dm
c je koncentrace v g/ml
Z tohoto vztahu vyplývá, že měření optické otáčivosti lze využít pro stanovení koncentrace roztoků metodou kalibrační křivky.

<u>Postup práce:</u>

Nejprve připravte standardní zásobní roztok sacharosy o koncentraci 20 g/100ml. Z tohoto standardu pak připravte sadu 5 kalibračních roztoků o koncentraci 2-10 g/100ml ředěním do 50 ml odměrných baněk. Změřte úhly otočení na polarimetru a indexy lomu na refraktometru a získané hodnoty vyneste do grafu proti příslušným koncentracím. Graf a lineární regresi zpracujte na počítači.Vzorek v baňce doplňte po rysku, promíchejte a změřte opět obě veličiny. Vypočítejte koncentrace vzorku z rovnic regresních přímek a porovnejte je vzájemně. Porovnejte výsledky získané výpočtem a z grafů kalibračních křivek.