



**МИНОБРНАУКИ РОССИИ**  
**федеральное государственное бюджетное образовательное**  
**учреждение высшего образования**  
**«Самарский государственный технический университет»**  
**(ФГБОУ ВО «СамГТУ»)**

---

К а ф е д р а аналитической и физической химии

# **РЕФРАКТОМЕТРИЯ**

Методические указания  
к лабораторной работе № 1

**Самара**  
**Самарский государственный технический университет**  
**2017**

Печатается по решению методического совета химико-технологического факультета СамГТУ

УДК 543.42

**Рефрактометрия:** метод. указ. к лаб. работе. / Сост.: Б.М. Стифатов, Ю.В. Рублинецкая. - Самара; Самар. гос. техн. ун-т, 2017. - 16 с.: ил.

В методических указаниях рассмотрены примеры практического применения рефрактометрии для количественного определения веществ.

Указания рассчитаны на студентов, изучающих физико-химические методы анализа в рамках бакалавриата по направлениям 04.03.01, 04.03.02, 18.03.01, 18.03.02, 18.05.01, 19.03.01, 19.03.02 и 19.03.04.

УДК 543.42

Составители: канд. хим. наук Б.М. Стифатов,  
докт. хим. наук Ю.В. Рублинецкая.  
Рецензент: канд. хим. наук А.Г. Назмутдинов

@ Б.М. Стифатов, Ю.В. Рублинецкая,  
составление, 2017  
@ Самарский государственный  
технический университет, 2017

**Цель работы:** освоение теории и практического применения рефрактометрического анализа.

## 1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

### 1.1. Основные понятия рефрактометрического анализа

Преломление световых лучей на границе раздела двух различных оптических сред называют *рефракцией* (от лат. refractus - преломленный), она характеризуется *показателем преломления*.

*Рефрактометрический метод анализа (рефрактометрия)* основан на зависимости показателя преломления света от состава системы. Такую зависимость устанавливают путём определения показателя преломления для стандартной серии растворов. По экспериментальным данным строят градуировочный график зависимости «показатель преломления – состав смеси», а затем, по графику и измеренному показателю преломления анализируемого раствора, определяют содержание вещества в нем.

Метод рефрактометрии применяют для количественного анализа бинарных, тройных и разнообразных сложных систем растворов. Примером бинарных систем являются водные растворы спиртов, сахаров, глицерина, кислот, оснований, солей и др.

Достоинствами рефрактометрического анализа являются простота и быстрота определений, высока точность анализа (до сотых долей процента). Метод применяют для анализа разнообразных сложных систем: горючих и смазочных материалов, биологических и пищевых продуктов, лекарственных препаратов и др.

Рефрактометрия в основном используется для количественного анализа, но применяется и для качественного анализа, поскольку показатель преломления является индивидуальной характеристикой вещества. Присутствие в исследуемой системе примесей влияет на его значение, поэтому определение коэффициента преломления используют для установления степени чистоты вещества. Рефрактометрическую идентификацию веществ проводят путём определения величин преломления и их физических характеристик (плотности, температуры кипения и т.д.). Полученные экспериментальные величины сравнивают с табличными и, таким образом, устанавливают природу веществ.

## 1.2. Теоретические основы метода анализа

Явление преломления (отклонения) световых лучей от первоначального направления на границе раздела двух сред связано с различием в скорости распространения света в различных средах.

Преломление света оценивается *абсолютным* и *относительным показателями преломления света*.

*Абсолютным показателем преломления света* ( $N$ ) для данного прозрачного вещества называют отношение скоростей света в вакууме ( $V_0$ ) и в данной среде ( $V_c$ ):

$$N = V_0/V_c$$

Так как скорость света в вакууме является предельной и всегда больше скорости света в любой другой среде, то  $N$  всегда больше единицы. На рис.1 изображено преломление светового луча на границе вакуума с более плотной оптической средой. Здесь имеет место равенство:

$$\frac{V_0}{V_c} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$

и, следовательно,

$$N = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}.$$

Учитывая, что всегда  $N > 1$ ,  $\sin \alpha > \sin \beta$ ,  $\alpha > \beta$ , то при переходе луча из среды менее оптически плотной (I) в среду более оптически плотную (II), угол падения ( $\alpha$ ) всегда больше угла преломления ( $\beta$ ). Этот общий случай преломления светового луча на границе двух оптических сред характеризуется *относительным показателем преломления* ( $n_{отн}$ ):

$$n_{отн} = V_I/V_{II}$$

где  $V_I$  и  $V_{II}$  – скорости распространения света в I и II средах.

В практике работы с твёрдыми и жидкими средами относительные показатели преломления устанавливают по отношению к воздуху и называют их *показателями преломления* ( $n$ ). Показатель преломления вещества относительно воздуха можно считать практически равным его абсолютному значению. Показатель преломления зависит от природы вещества, длины световой волны и температуры.

### 1.3. Рефрактометрические измерения

Показатель преломления определяют с помощью *рефрактометра*, работа которого основана на измерении *предельного угла преломления* между жидкостью и стеклом. При падении луча света N на границу раздела двух сред с разной плотностью скорость света изменяется (рис. 1).

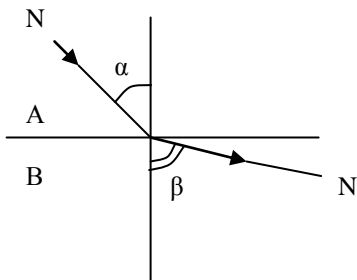


Рис. 1. Прохождение луча света границы раздела двух сред с различной плотностью.

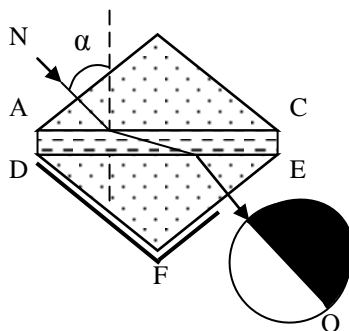


Рис. 2. Ход лучей через призмный блок рефрактометра.

Тогда имеет место равенство:

$$\frac{V_A}{V_B} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{n_A}{n_B},$$

где  $\alpha$  – угол падения;  $\beta$  – угол преломления;  $V_A$ ,  $V_B$  – скорость света в средах А и В соответственно;  $n_A$ ,  $n_B$  – показатели преломления сред А и В по отношению к вакууму.

Так как  $V_A > V_B$ , то  $\alpha < \beta$ . При увеличении угла  $\alpha$  угол  $\beta$  может стать равным  $90^\circ$ , тогда преломленный луч будет скользить по поверхности раздела сред. При дальнейшем увеличении угла  $\alpha$  луч отражается от среды В. Это явление называется *полным внутренним отражением*, а угол падения – *предельным углом падения*.

Принцип действия рефрактометра становится понятен, если проследить ход лучей через его призмный блок (рис. 2). Призмный блок состоит из двух гипотенузных призм, между которыми имеется зазор для тонкого слоя исследуемой жидкости. Луч N проходит через осветительную призму ABC, плоскопараллельный слой жидкости, из-

мерительную призму DEF и попадает в окуляр. Угол  $\alpha$  близок к предельному углу падения. Лучи, падающие под большими углами, чем угол  $\alpha$ , вследствие полного внутреннего отражения, не попадут в окуляр, и верхняя его часть не будет освещена. Лучи, падающие под меньшими углами, чем угол  $\alpha$ , также не попадут в окуляр, так как нижняя призма имеет черненую металлическую оправу, ограничивающую ее поверхность.

По этим причинам в окуляре возникает граница светотени, которая может перемещаться в зависимости от показателя преломления исследуемой жидкости. Совместив указатель (перекрестье) в окуляре рефрактометра с границей светотени, измеряют показатель преломления исследуемой жидкости по шкале рефрактометра. Граница светотени указывает на шкале численное значение показателя преломления, как показано на схеме рефрактометра (рис. 3).

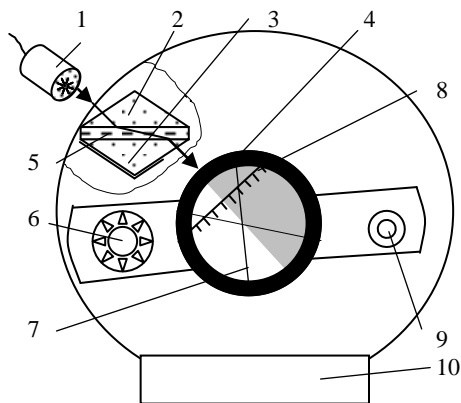


Рис. 3. Схема рефрактометра: 1- лампа источника света; 2 – верхняя осветительная призма; 3 – нижняя измерительная призма; 4 – окуляр; 5 – исследуемая жидкость; 6 – ручка компенсатора; 7 – перекрестье указателя; 8 – измерительная шкала; 9 – ручка вращения рычага окуляра; 10 – стойка корпуса рефрактометра.

граница может быть нечёткой, размытой и окрашенной во все цвета радуги. Компенсатор дисперсии – это специальное устройство, состоящее из двух призм, вращающихся в разные стороны. При прохож-

Для определения показателя преломления раскрывают призмный блок рефрактометра, разделяя призмы. Протирают верхнюю и нижнюю призмы ватным тампоном, смоченным исследуемой жидкостью. На нижнюю призму наносят несколько капель жидкости, призмы закрывают, включают осветитель 1. Вращением ручки рычага окуляра 9, находят такое его положение, при котором в окуляре видны две половинки поля зрения – темная и светлая. Вращением ручки компенсатора 6 устраняют радужность границы раздела светотени, т.к. вследствие дисперсии

дении пучка лучей разного цвета через компенсатор отклонения дисперсии сводиться к нулю и образуется один белый луч. В результате получается чёткая и резкая граница между светлой и тёмной половинами поля зрения.

Вращением рычага добиваются прохождения границы светотени через перекрестье указателя 7. В таком положении граница светотени указывает на шкале 8 рефрактометра значение показателя преломления жидкости ( $n$ ), заключенной между его призмами.

Методы определения показателя преломления с помощью рефрактометров различных конструкций аналогичны изложенному методу.

Наиболее распространённым является *рефрактометр Аббе*. Рефрактометры этого типа благодаря простоте и удобству обращения с ними широко применяются как в исследовательской практике, так и для практических целей. Прибор имеет стационарную измерительную призму с острым преломляющим углом в  $60^{\circ}$ . Диапазон измерений показателей преломления от 1,3 до 1,7.

Отечественной промышленностью выпускаются *рефрактометры марки УРЛ* (универсальный рефрактометр лабораторный) типа Аббе.

## 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

РАБОТА 1.1	<b>Рефрактометрическое определение содержания сахара в водном растворе</b>
------------	--

*Цель работы:* Приобретение навыков работы на рефрактометре.

### *Сущность анализа*

Анализ заключается в измерении показателей преломления исследуемого раствора и серии стандартных растворов, содержащих сахар. По результатам измерений стандартной серии строят градуировочный график зависимости показателя преломления от содержания сахара в растворе, по которому устанавливают значение, отвечающее анализируемому раствору.

### *План работы*

1. Ознакомиться с устройством и принципом работы рефрактометра УРЛ-1.
2. Включить рефрактометр в сеть.

3. Проверить установку нуля-пункта рефрактометра по дистиллированной воде.

4. Подготовить серию стандартных растворов сахара.

5. Произвести измерение показателя преломления каждого раствора стандартной серии.

6. Построить градуировочный график зависимости показателя преломления от содержания сахара (масс. долей, %) в растворе.

7. Произвести измерение показателя преломления в исследуемом растворе.

8. Установить содержание сахара в исследуемом растворе по градуировочному графику, построенному с помощью стандартной серии.

#### *Приборы посуда и реактивы:*

1. Рефрактометр.
2. Штатив с пробирками.
3. Аналитические весы.
4. Пипетки.
5. Стаканчики.
6. Сахароза (твердая).
7. Дистиллированная вода.

#### *Ход анализа*

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.

С помощью рефрактометра определить показатели преломления растворов каждой из пробирок. По полученным результатам строят на миллиметровой бумаге градуировочный график в координатах «концентрация сахарозы (г/мл или %) - показатель преломления».

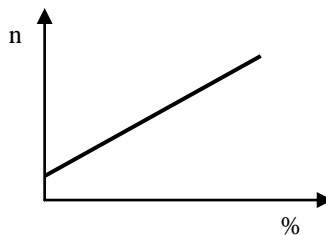


Рис. 4. Градуировочный график зависимости показателя преломления от содержания сахара в растворе.



После этого измеряют показатель преломления испытуемого раствора выданного преподавателем. Пользуясь калибровочной кривой, находят концентрацию сахарозы в испытуемом растворе.

РАБОТА 1.2

**Рефрактометрическое определение состава смеси ацетон-бензол**

*Цель работы:* формирование навыков работы с рефрактометром.

*План работы*

1. Ознакомиться с устройством и принципом работы рефрактометра УРЛ-1 (приложение 1).

2. Включить рефрактометр в сеть.

3. Проверить установку нуля-пункта рефрактометра по дистиллированной воде.

4. Подготовить серию стандартных растворов смеси «ацетон-бензол».

5. Произвести измерение показателя преломления каждого раствора стандартной серии.

6. Построить градуировочный график зависимости показателя преломления среды от содержания определяемого вещества в растворе.

7. Произвести измерение показателя преломления в исследуемом растворе.

8. Установить содержание определяемого вещества в исследуемом растворе по градуировочному графику, построенному с помощью стандартной серии.

*Приборы, посуда и реактивы:*

1. рефрактометр;
2. штатив с пробирками;
3. бюретки с краном на 25-50 мл.;
4. пипетки на 1- 10мл.;
5. фильтровальная бумага;
6. мягкая салфетка.
7. бензол;
8. ацетон;
9. вода дистиллированная;

## 10. спирт этиловый.

### *Ход анализа*

Приготовить в пробирках серию стандартных растворов смеси ацетона и бензола по следующей схеме:

- *пробирка № 1 – 10 мл ацетона (100 %об. ацетона в смеси);*
- *пробирка № 2 - 9 мл ацетона (90 %) и 1 мл бензола (10 %);*
- *пробирка № 3 – 8 мл ацетона (80 %)и 2 мл бензола (20 %);*
- *пробирка № 4 – 7 мл ацетона (70 %)и 3 мл бензола (30 %);*
- *пробирка № 5 – 6 мл ацетона (60 %)и 4 мл бензола (40 %);*
- *пробирка № 6 - 5 мл ацетона (50 %) и 5 мл бензола (50 %);*
- *пробирка № 7 - 4 мл ацетона (40 %) и 6 мл бензола (60 %);*
- *пробирка № 8 - 3 мл ацетона (30 %) и 7 мл бензола (70 %);*
- *пробирка № 9 - 2 мл ацетона (20 %) и 8 мл бензола (80 %);*
- *пробирка № 10 – 1 мл ацетона (10 %) и 9 мл бензола (90 %);*
- *пробирка № 11 - 10 мл бензола (100 %об. бензола в смеси).*

Определяют на рефрактометре показатели преломления растворов в каждой из пробирок. По полученным результатам строят градуировочный график на миллиметровой бумаге в координатах «состав смеси - показатель преломления». Произвести измерение показателя преломления в исследуемом растворе. Установить содержание определяемого вещества в исследуемом растворе по градуировочному графику.

РАБОТА 1.3	<b>Определение содержания этилового спирта в водном растворе</b>
------------	--

*Цель работы:* формирование навыков работы с рефрактометром.

### *План работы*

1. Ознакомиться с устройством и принципом работы рефрактометра УРЛ-1.
2. Включить рефрактометр в сеть.
3. Проверить установку нуля-пункта рефрактометра по дистиллированной воде.
4. Подготовить серию стандартных растворов спирта.

5. Произвести измерение показателя преломления каждого раствора стандартной серии.

6. Построить градуировочный график зависимости показателя преломления растворов от содержания спирта в растворе.

7. Произвести измерение показателя преломления в исследуемом растворе.

8. Установить содержание спирта в исследуемом растворе по градуировочному графику, построенному с помощью стандартной серии.

#### *Приборы, посуда и реактивы:*

1. рефрактометр;
2. штатив с пробирками;
3. бюретки с краном на 25-50 мл.;
4. пипетки на 1- 10 мл;
5. фильтровальная бумага;
6. мягкая салфетка.
7. вода дистиллированная;
8. спирт этиловый ректифицированный.

#### *Порядок проведения анализа*

Приготавливают ряд стандартных растворов этилового спирта, отмеривая из бюретки в снабженные пробками пробирки следующие объемы этих жидкостей:

- пробирка № 1 – 1 мл этилового спирта(10 %) и 9 мл воды (90%);
- пробирка № 2 - 2 мл этилового спирта(20 %) и 8 мл воды (80%);
- пробирка № 3 - 3 мл этилового спирта(30 %) и 7 мл воды (70%);
- пробирка № 4 – 4 мл этилового спирта(40 %) и 6 мл воды (60%);
- пробирка № 5-5 мл этилового спирта(50 %) и 5 мл воды (50%);
- пробирка № 6 - 6 мл этилового спирта(60 %) и 4 мл воды (40%).
- пробирка № 7 – 7 мл этилового спирта(70 %) и 9 мл воды (30%);
- пробирка № 8 - 8 мл этилового спирта(80 %) и 8 мл воды (20%);
- пробирка № 9 - 9 мл этилового спирта(90 %) и 7 мл воды (10%);
- пробирка № 10 – 10 мл этилового спирта (100 %).

Определяют показатель преломления каждого раствора и строят градуировочный график, откладывая по оси ординат содержание спир-

та в соответствующих смесях (%), а по оси ординат – величины показателей преломления. Определяют величину показателя преломления исследуемого раствора и затем по графику – массовую долю содержащегося в нем спирта.

### 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.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Аналитическая химия. В 2ч. Ч.2. Физико-химические методы анализа: Практикум. / В.В. Слепушкин, Б.М. Стифатов, Ю.В. Рублинецкая, Е.Ю. Мощенская. Самара: Самар. гос. тех. ун-т, 2011.-286 с. ISBN 978-5-7964-1461-3.
2. Аналитическая химия. В 3 т. Т. 1. Методы идентификации определения веществ: учеб. для студ. высш. учеб. заведений / [А.А. Блюстин и др.]; под ред. Л.Н. Москвина. – М.: Издательский центр «Академия», 2008.
3. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов: В 4-х кн. - Кн.2. Оптические методы анализа. – М.: КолосС, 2005. – 288 с.
4. Основы физико-химических методов анализа / В.Ф. Барковский, Т.Б. Городенцева, Н.Б. Топорова и др. – М.: Колос, 1990.

## Универсальный рефрактометр лабораторный – УРЛ-1

### 1. Устройство и принцип работы

Рефрактометр УРЛ-1 предназначен для измерения коэффициента преломления прозрачных жидкостей в пределах 1,20 – 1,70 на хорошо юстированных приборах. В визирную трубку этого прибора видны две шкалы. Одна из них градуирована в величинах показателей преломления, а другая в «процентах сухого вещества» с делениями от 0 до 95%. Эта шкала указывает на содержание сахарозы в водных растворах. Поэтому этот рефрактометр называют ещё и *сахариметром*.

Основные детали рефрактометра УРЛ-1 и его оптическая схема показаны на рисунках П.1.

Конструктивно прибор состоит из верхней части – корпуса «2» и нижней части – основания 1. К корпусу прибора крепится призмный блок из двух камер – верхней 6 и нижней 3. Нижняя камера, заключающая в себе измерительную призму, которая жестко закреплена на корпусе; верхняя же камера, заключающая в себе осветительную призму, соединена шарниром с нижней и может поворачиваться относительно неё.

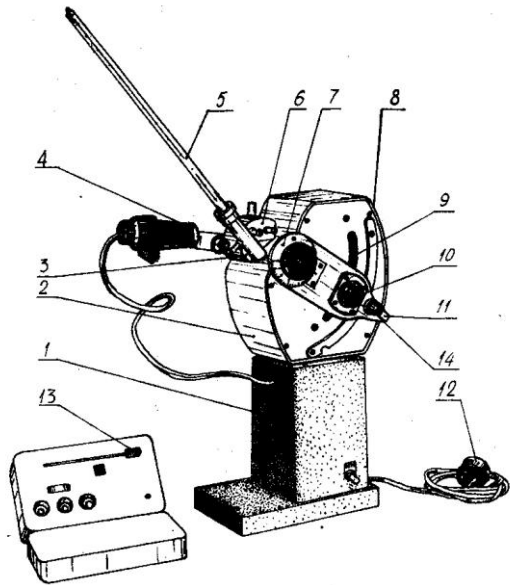


Рис. П.1. Общий вид рефрактометра УРЛ-1.

На штупере нижней камеры подвижно укреплён осветитель 4 и термометр 5. На оси прибора укреплены рукоятка 11 с окуляром 10 и настроечный механизм 14, с помощью которого совмещают границы светотени с перекрестием сетки. Лимб дисперсии 7 для устранения

окрашенности границы светотени наблюдаемой в окуляре. На корпусе расположено отверстие, закрытое пробкой 8, служащее для вывода ключа 13, с помощью которого устанавливают нуль-пункта.

Шкала рефрактометра Аббе проградуирована в единицах показателя преломления или в процентах исследуемого вещества.

## **2. Проверка и установка нуль-пункта рефрактометра УРЛ-1**

Перед проведением измерений необходимо проверить настройку рефрактометра УРЛ-1 «на нуль» (нуль-пункт) и выставить его при необходимости. Для этого проводят следующие операции:

1. Открыть верхнюю камеру и промыть дистиллированной  $H_2O$  поверхности измерительной и осветительной призмы насухо вытереть.

2. Нанести с помощью стеклянной палочки на плоскость измерительной призмы одну – две капли дистиллированной  $H_2O$  и закрыть верхнюю камеру.

3. Перемещением рукоятки с окуляром ввести в поле зрения границу светотени.

4. Резкость границы светотени, штрихов шкалы и перекрестие сетки по глазу наблюдателя устанавливается вращением гайки окуляра.

5. Вращением рукоятки дисперсионного компенсатора устранить окрашенность границы светотени.

6. Границу светотени, перемещая рукоятку, подвести к центру перекрестия сетки, если она прошла через отметку шкалы  $n = 1,33299$  и 0 %, то нуль-пункт рефрактометра устанавлен правильно.

7. Если нет, то установку нуль-пункта рефрактометра производят следующим образом: вводят в отверстие корпуса ключ и, вращая его, подводят границу светотени к центру перекрестия сетки, т.е. к отметке 1,33299 шкалы показателя преломления и значению 0 % шкалы массовой доли сахарозы.

## **3. Измерение показателя преломления прозрачных жидкостей и процента сухих веществ в сахарозе**

Измерение показателя преломления прозрачных жидкостей и процента сухих веществ по сахарозе проводят аналогично измерению показателя преломления дистиллированной  $H_2O$  при установке нуль – пункта. Для этого исследуемое вещество (2 – 3 капли) помещают между половинками призмы и плотно сжимают их. Поле в окуляре должно

быть освещено равномерно с помощью поворота зеркала. Если оно освещено неравномерно, т.е. имеются тёмные пятна, то надо раскрыть призмы и добавить несколько капель исследуемой жидкости, а затем снова плотно сжать их. Необходимую температуру призмы и исследуемого вещества получаю пропусканием воды с определённой температурой в обкладку призмы. Поворотом призмы добиваются появление тёмного поля в окуляре. Если граница тёмного поля не резкая, используют компенсатор и добиваются получения резкой границы тёмного поля. Затем рукой или микрометрическим винтом наводят границу тёмного поля на перекрестье нитей. После совмещения границы светотени с перекрестием сетки производят отсчёт по шкале показателей преломления (слева в окуляре) или % сухих веществ по сахарозе. После проведения измерений необходимо открыть верхнюю камеру, промыть, досуха вытереть плоскости верхней и нижней камер и опустить верхнюю камеру прибора.

## **Рефрактометрия**

Составители: *СТИФАТОВ Борис Михайлович*  
*РУБЛИНЕЦКАЯ Юлия Вячеславовна.*

Печатается в авторской редакции  
Компьютерная верстка Стифатов Б.М.

Подписано в печать 10.01.17  
Формат 60x841/16 Бумага тип №1.  
Усл п.л. 0,88. Уч. изд. л. 0,9  
Тираж 50 экз.

---

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего профессионального образования  
«Самарский государственный технический университет»  
443100. г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Главный корпус.

Отпечатано в типографии Самарского  
государственного технического университета  
443100. г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Корпус №8.