

折光率的测定

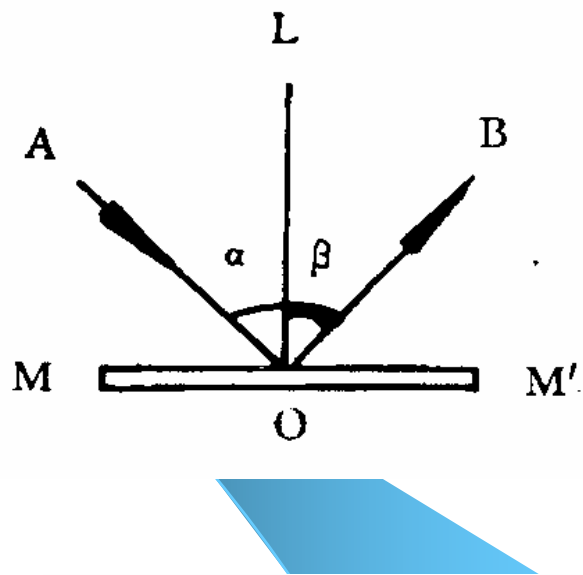
一、实验目的

- 1、熟悉和掌握有机化合物折光率测定的基本原理和操作方法。
- 2、学习有机化合物折光率测定的意义。

二、基本原理

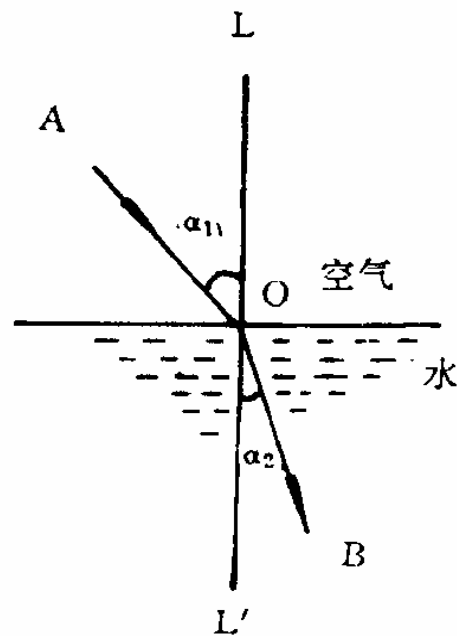
光的反射现象与反射定律

$$\angle a = \angle b$$



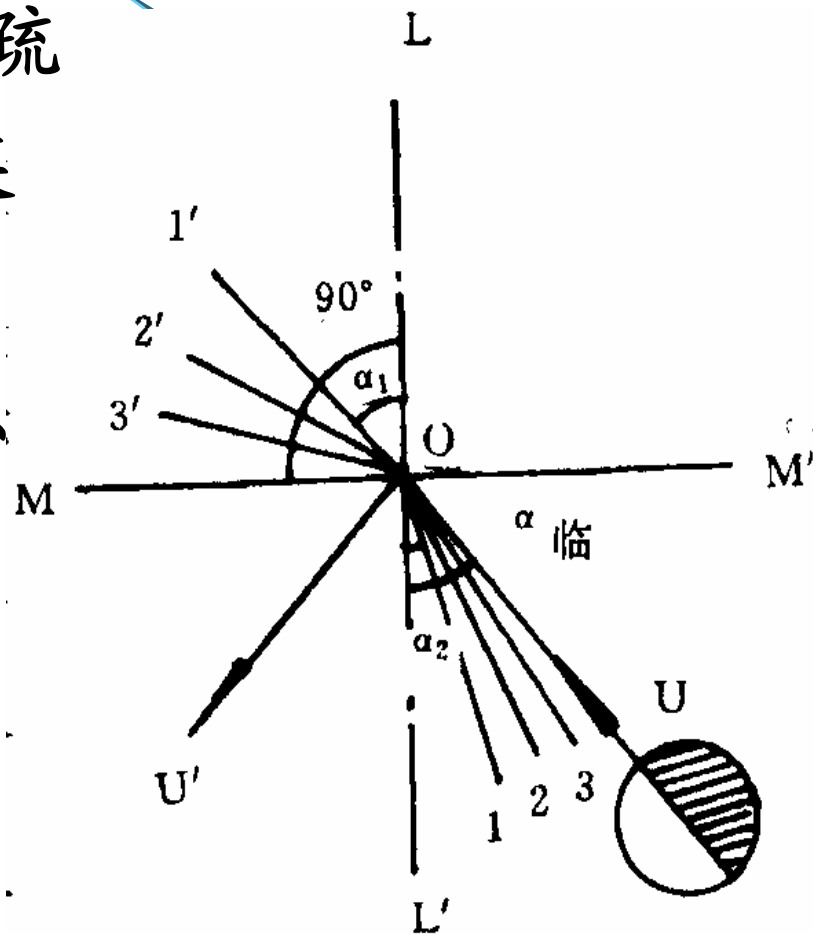
光的折射现象与折射定律

$$\frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_2} = \frac{v_1}{v_2} = \frac{n_2}{n_1}$$



全反射:

光从光密介质射入光疏介质。当入射角增大到某一角度，使折射角达 90° 时，折射光完全消失，只剩下反射光的现象。



临界角: 发生全反射时的入射角。

这时: 折射角等于 90°

$$n_1 = n_2 \sin \alpha_{\text{临}}$$

n_2 : 棱镜的折光率

只要测得了临界角 $\alpha_{\text{临}}$ 就可求出被测样液的折光率 n_1 。

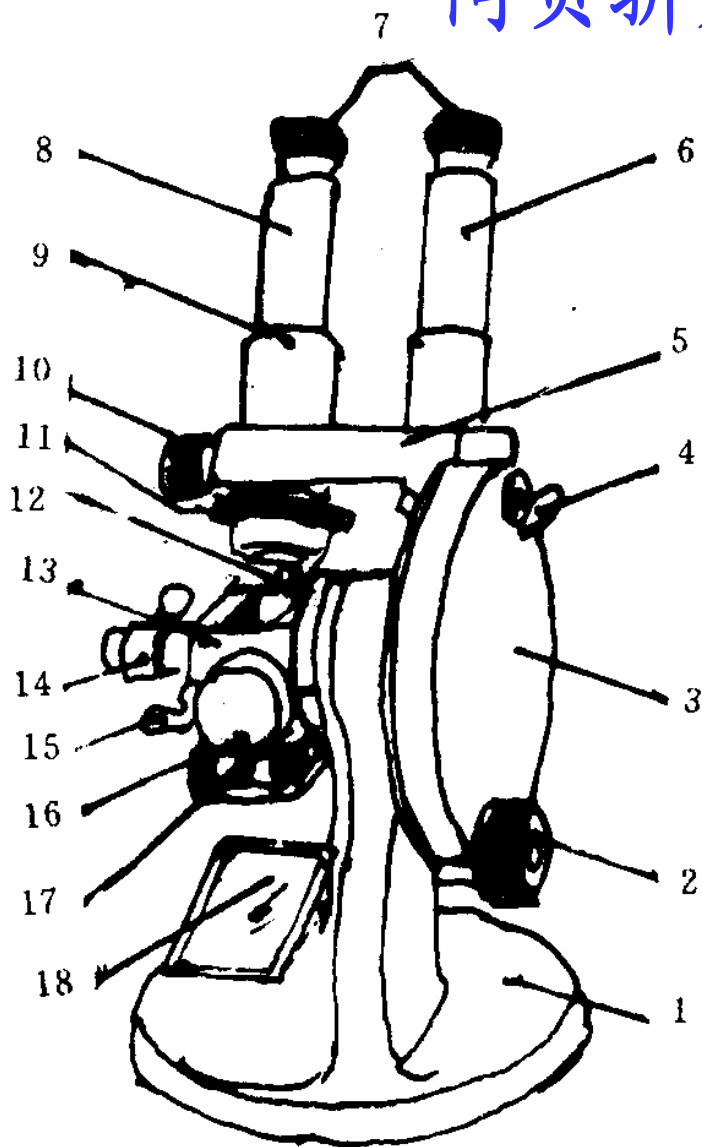
折光仪(又名折射仪)简介

生产和工业中常用的阿贝尔折光仪是根据临界折射现象设计。其主要部件是**两块直角棱镜**。



筒内还装有消色散棱镜，也称消色补偿器，通过它的作用将复色光变为单色光。因此，可直接利用日光测定折光率，所得数值和用钠光时所测得的数值完全一样。

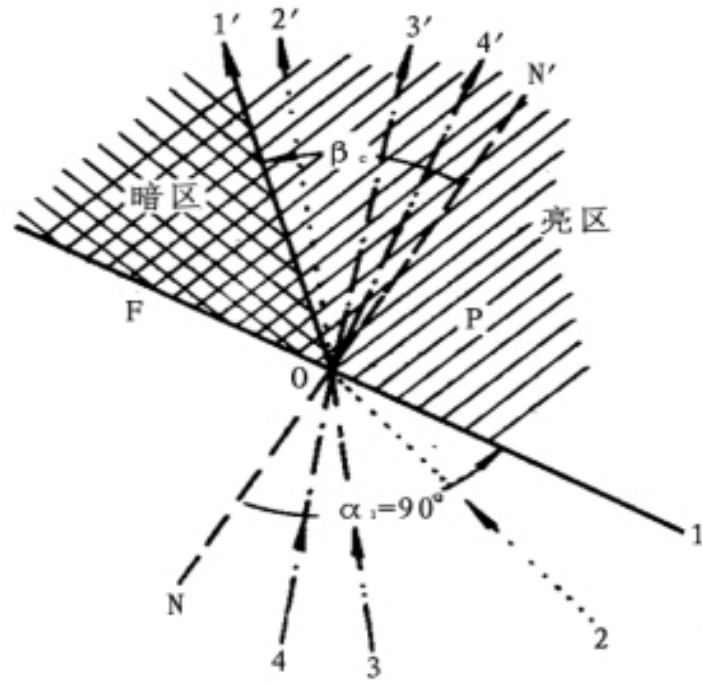
阿贝折光仪结构



1. 底座;
2. 棱镜调节旋钮;
3. 圆盘组 (内有刻度板);
4. 小反光镜;
5. 支架;
6. 读数镜筒;
7. 目镜;
8. 观察镜筒;
9. 分界线调节螺丝;
10. 消色调节旋钮;
11. 色散刻度尺;
12. 棱镜锁紧扳手;
13. 棱镜组;
14. 温度计插座;
15. 恒温器接头;
16. 保护罩;
17. 主轴;
18. 反光镜

测定时：试样 m 置于测量棱镜 P 的镜面 F 上，棱镜的折光率大于试样的折光率。

如果入射光 I 正好沿着棱镜与试样的界面 F 射入，会发生全反射：其折射光为零，入射角 90° ，折射角为角 $1'ON'$ ，即**临界角**。大于临界角的区域构成**暗区**，小于临界角的构成**亮区**。



影响折光率的因素

化合物的折光率除与本身的结构和光线的波长有关外，还受温度等因素的影响。所以在报告折光率时必须注明所用光线（放在 n 的右下角）与测定时的温度（放在折光率 n 的右上角）。例如 n_D^{20} 1.4699 表示 20℃ 时，某介质对钠光（D 线）的折光率为 1.4699。

影响折光率的因素

● (1)、物质结构

物质结构是折光率产生差异的根本原因。不同的物质有不同的立体构象。这使得物质对光线得吸收程度以及反射程度产生差异，使得折光率产生根本性的差异。

● (2)、光波长的影响

- 物质的折光率因光的波长而异，波长较长折射率较小，波长较短折射率较大。
- 测定时光源通常为白光。当白光经过棱镜和样液发生折射时，因各色光的波长不同，折射程度也不同，折射后分解成为多种色光，这种现象称为色散。光的色散会使视野明暗分界线不清，产生测定误差。阿贝折光仪中所安装的色散补偿器为了消除色散。

● (3)、温度的影响

● 温度升高折射率减小；温度降低折射率增大。

一般测量温度每增加(减少)1 °C, 液体有机化合物的折光率就减少(增加) $3.5 \times 10^{-4} \sim 5.5 \times 10^{-4}$, 为方便计算, 一般以 4×10^{-4} 计算。

$$n_D^T = n_D^t + 4 \times 10^{-4} (t - T)$$

式中 T 为规定温度, t 为实验温度。

● (4)、压强的影响

- 通常，大气压的变化对折光率的影响并不显著，一般只在要求较精密时才加以考虑。

三、操作方法

●1、仪器安装

将折光仪置于靠窗的桌子或白炽灯前。但勿使仪器置于直照的日光中，以避免液体试样迅速蒸发。

用橡皮管将测量棱镜和辅助棱镜上保温夹套的进水口与超级恒温槽串联。恒温温度以折光仪上的温度计读数为准，一般选用20 ℃或25 ℃。

- 2、折光仪校正

通常用测定标准液如蒸馏水折光率的方法进行校准。若校正时温度不为 20 °C，则应查出该温度下蒸馏水的折光率再进行核准。对于高刻度值部分，常用具有一定折光率的标准玻璃块（仪器附件）校准。

常用标准液

标准液	T (K)	T(°C)	N_D^t	$(-dn/dt \times 10^5)$
水	288	15	1.33339	07
	293	20	1.33299	09
	298	25	1.33250	11
丙酮	293	20	1.3591	50
氯仿	288	15	1.4486	59
苯	288	15	1.5044	63
	293	20	1.5012	
氯苯	288	15	1.5275	54
	293	20	1.5427	
醋酸	288	15	1.3739	38
	293	25	1.3698	
二硫化碳	288	15	1.6319	78
二碘甲烷	288	15	1.7443	64

校正方法:

将折光仪与恒温槽连接好，恒温后，分开直角棱镜，用滴管加少量乙醇或丙酮，清洗镜面。用滴管时注意勿使管尖碰撞镜面。必要时可用擦镜纸轻轻吸干镜面，但切勿用滤纸。待有机溶剂挥发后，加一滴蒸馏水于下镜面上，关闭棱镜。调节反光镜使镜内视场明亮。

转动棱镜，在目镜中观察到半明半暗现象，因光源为白光，故在界线处呈现彩色，此时可调节消失散手柄使明暗清晰然后再调节转轴使明暗界线正好与目镜中“+”字线交点重合，从标尺上直接读取纯水的折光率，并与标准值 (n_D^{20} 1.33299) 比较，得到折光仪的校正值。校正值应该很小，如果较大，整个则需重新校正仪器。

3、测定

(1)、加样

准备工作做好后，滴加数滴试样于辅助棱镜的毛镜面上，闭合辅助棱镜，旋紧锁钮。若试样易挥发，则可在两棱镜接近闭合时从加液小槽中加入，然后闭合两棱镜，锁紧锁钮。

- (2)、对光

- 转动手柄，使刻度盘标尺上的示值为最小，于是调节反光镜，使入射光进入棱镜组，视场最亮。调节目镜，使视场准丝最清晰。

- (3)、粗调

- 转动手柄，使刻度盘标尺上的示值逐渐增大，直至观察到视场中出现彩色光带或黑白临界线为止。

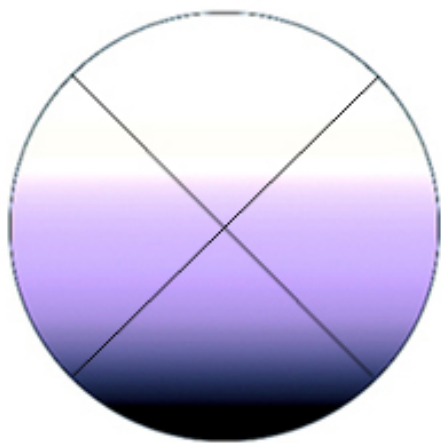
● (4)、消色散

●转动消色散手柄，使视场内呈现一个清晰的明暗临界线。

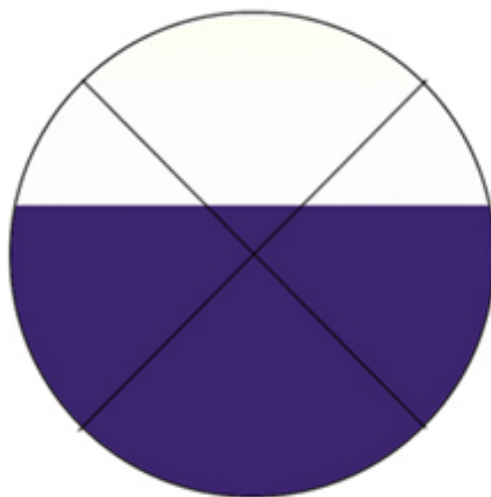
● (5)、精调

●转动手柄，使临界线正好处在X形准丝交点上，若此时又呈微色散，必须重调消色散手柄，使临界线明暗。

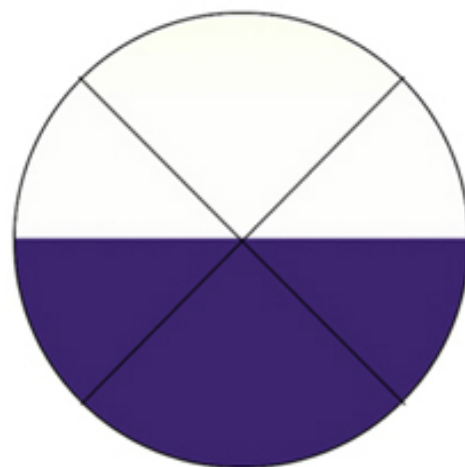
调节过程图像



未调节右边旋扭前
在右边目镜看到的图象
此时颜色是散的



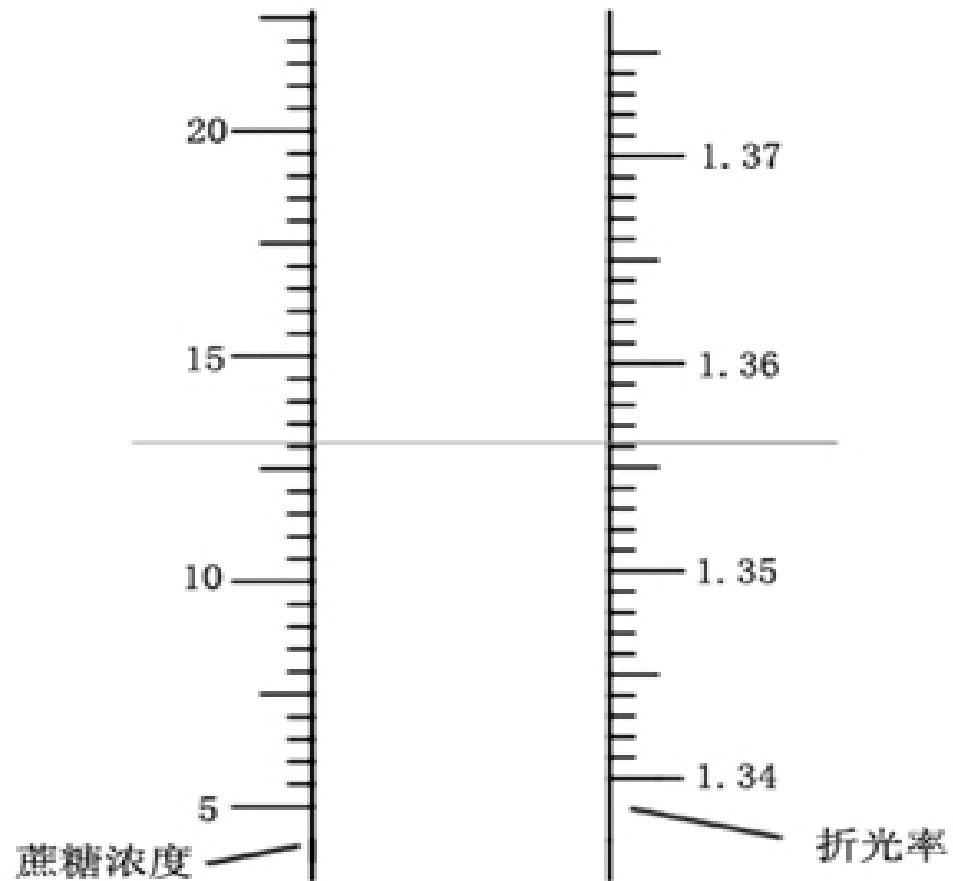
调节右边旋扭直到出现
有明显的分界线为止



调节左边旋扭使分界线
经过交叉点为止并在左
边目镜中读数

● (6)、读数

- 为保护刻度盘的清洁，现在的折光仪一般都将刻度盘装在罩内，读数时先打开罩壳上方的小窗，使光线射入，然后从读数望远镜中读出标尺上相应的示值。由于眼睛在判断临界线是否处于准丝点交点上时，容易疲劳，为减少偶然误差，应转动手柄，重复测定三次，三个读数相差不大于0.0002，然后取其平均值。试样的成分对折光率的影响是极其灵敏的，由于玷污或试样中易挥发组分的蒸发，致使试样组分发生微小的改变，会导致读数不准，因此测一个试样须应重复取三次样，测定这三个样品的数据，再取其平均值。



实验测得折光率为： $1.356 + 0.001 \times 1/5 = 1.3562$

读数视图

- (7)、记录样液温度

- (8)、仪器清洗

在测定水溶性样品后，用脱脂棉吸水洗净棱镜表面及其他各机件，若为油类样品，用乙醇或丙酮等擦拭。

四、相关问题及注意事项

- 1、阿贝折光仪的量程 $1.3000 \sim 1.7000$ ，精度 ± 0.0001 ；如要测准至 ± 0.0001 ，温度应控制在 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 范围内。
- 2、仪器在使用或储藏时，用黑布罩住。
- 3、折光仪的棱镜必须注意保护，滴加样品时，滴管末端不得触及棱镜。

- 4、每次使用前应洗净镜面，用后洗净晾干再闭上棱镜。
- 5、对仪器有腐蚀和溶解作用的液体应避免使用。
- 6、阿贝折光仪不能在较高温度下使用。

五、折光率测定的意义

- 1、鉴定未知化合物及其纯度

折光率是有机化合物最重要的物理常数之一，它能精确而方便地测定出来。作为液体有机化合物的纯度标准，折光率比沸点更为可靠。

- 2、确定液体混合物的组成

混合物的折光率和物质的量组成之间常呈线性关系如下：

$$n_D^t (A+B) = A\% n_D^t + B\% n_D^t$$

因此，可配合沸点测定，作为划分馏分的依据。

● 3、糖度测定

蔗糖溶液的折光率随浓度增大而升高。通过测定折光率可以确定糖液的浓度，如饮料、糖水罐头等食品的糖度，还可以测定以糖为主要成分的果汁、蜂蜜等食品的可溶性固形物的含量。

4、油脂组成和品质的鉴别

各种油脂具有其一定的脂肪酸构成，每种脂肪酸均有其特定的折光射率。含碳原子数目相同时不饱和脂肪酸的折光率比饱和脂肪酸的折光率大得多；不饱和脂肪酸分子量越大，折光率也越大；酸度高的油脂折光率低。因此测定折光率可以鉴别油脂的组成和品质。

5、食品鉴别

正常情况下，液态食品的折光率有一定的范围，如正常牛乳乳清的折光率在正1.34199 ~ 1.34275之间，当这些液态食品因掺杂、浓度改变或品种改变等原因而引起食品的品质发生了变化时，折光率常常会发生变化。所以测定折光率可以初步判断某些食品是否正常。如牛乳掺水，其乳清折光率降低，故测定牛乳乳清的折光率即可了解乳糖的含量，判断牛乳是否掺水。

各种折光仪



数字手持袖珍折光仪 PAL-2

适用于测量各种高浓度样品；如果酱、蜂蜜与浓缩果汁等。



手持折光仪 N-2E

适用于中度浓缩的样本，例如浓缩果汁、罐头泡浸糖水溶液等。



临床折射仪 T2-NE

可测血清蛋白素、尿比重与折射指数。



线上折射仪 PRM-85

能持续的测量折射度数、糖度 (Brix) 与流经输送管的液体。

六、思考题

- 1、利用折光仪是否可以测出固体物质的折光率？
- 2、利用折光仪是否可以测出溶液的浓度？
- 3、为什么明暗分界面与十字线中心重合时所示才是折光率？
- 4、为什么液体的折光率不会小于1？