



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Кафедра биологии растений и химии

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

**Лабораторная работа
Рефрактометрия.**

Определение сахарозы в прозрачных сиропах.



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Лабораторная работа

Рефрактометрия. Определение сахарозы в прозрачных сиропах.

Рефрактометрия

Цель работы: изучить устройство, принципов действия рефрактометра, освоить рефрактометрические методы контроля качества продуктов, сформировать практические навыки использования рефрактометрических методов для контроля качества продуктов.

Рефрактометрический анализ широко применяют при исследовании таких пищевых продуктов, как жиры, томатные продукты, варенье, джем, соки и др.

Рефрактометрический анализ основан на измерении показателя преломления (рефракции) веществ, по которому судят о природе вещества, его чистоте или содержании в растворах.

Рефракция – это явление преломления луча света на границе раздела двух сред, различных по оптической плотности. Явление лучепреломления, или рефракция луча света, возникает на границе двух сред, если среды имеют различную плотность. Рефрактометрия – это измерение преломления света. Количественно рефракцию оценивают по углу или показателю преломления света.

Рефрактометрический метод анализа – это метод, основанный на зависимости угла или показателя преломления света от состава системы, так как каждая система отличается определенной оптической плотностью. Рефрактометрия основана на измерении относительных показателей преломления веществ.

Отношение синуса угла падения (α) к синусу угла преломления (β) называют относительным показателем преломления (n) второго вещества по отношению к первому, и является величиной постоянной:

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

Показатель преломления отличается для лучей света разной длины волны; его изменения, названные дисперсией, связаны со строением, составом вещества среды. Кроме того, показатель преломления зависит от природы, плотности и концентрации веществ, типа растворителя, температуры и других факторов. Каждая «среда» имеет постоянный показатель преломления и, следовательно, отношение «синусов углов», и также является постоянной величиной. Если луч идет из среды I под углом α_1 ; то в более плотной среде II он будет проходить под меньшим углом β_1 – углом преломления, рис. 1, а.

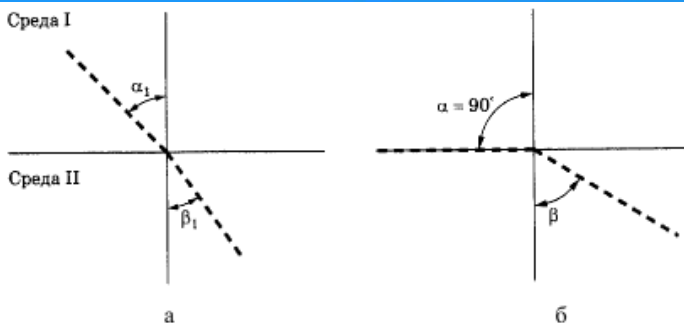


Рис. 1. Угол падения луча

Угол падения луча (рис. 1, б) можно увеличить до его предельно возможного значения – (90°), при этом падающий луч пойдет вдоль границы раздела сред и, преломившись, образует предельный угол преломления β . Так как $\sin 90^\circ = 1$, то следовательно

$$\eta = \frac{1}{\sin \beta}$$

Если в качестве сред используется не воздух, а любые другие среды, то каждая из них описывается своим показателем и предельным углом преломления. В этом случае можно записать равенство: $\eta_1 \cdot \sin \beta_1 = \eta_2 \cdot \sin \beta_2 = 1$

Равенство характеризуется преломлением светового луча на границе любых двух сред.

В рефрактометрах для измерения показателя преломления в качестве сред используют раствор вещества и стекло. Известен показатель преломления η_2 . Луч света, проходя через границу раздела раствор-стекло, преломляется. Задав угол падения луча в растворе, равным 90° ($\sin \beta_1 = 1$), получим уравнение, позволяющее измерять показатель преломления раствора по значению предельного угла преломления в стекле β_2 : $\eta_1 = \eta_2 \cdot \sin \beta_2$

Показатель преломления при прочих постоянных условиях связан прямой пропорциональной зависимостью с концентрацией в растворе и его измерение широко используется в количественном анализе.

Реактивы и оборудование: дистиллированная вода, этиловый спирт, стеклянные палочки, пробирки с притертыми крышками, градуированные пипетки 10см^3 , груша резиновая, конические колбы 100см^3 .

Приборы: универсальный лабораторный рефрактометр РПЛ-3, рефрактометр ИРФ 454-Б2М.

Изучение устройства и принципов действия рефрактометра



Принцип действия рефрактометра основан на том, что определяется лишь угол преломления исследуемой жидкости, а показатель преломления измерительной призмы известен. Устройство рефрактометра показано на рис.2.

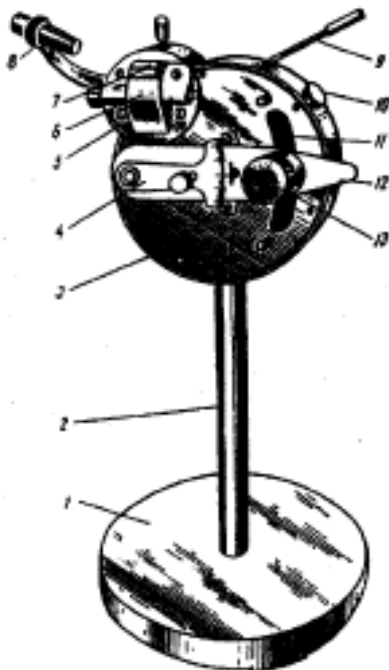


Рис. 2. Рефрактометр РПЛ - 3: 1 - основание; 2 - штатив; 3 - корпус; 4 - дисперсионный лимб с ручкой; 5 - нижняя камера; 6 - шарнир соединения камер; 7 - верхняя камера; 8 - осветитель; 9 - термометр в оправе; 10 - пробка для установления нуля; 11 - шкала; 12 - рычаг; 13 - окуляр.

Корпус прибора (3) укреплен на штативе (2). Две призмы – осветительная и измерительная заключены в металлические камеры (7) и (5), которые соединены шарниром (6). Через камеры призмы во время определения пропускают из термостата воду, температура контролируется термометром (9).

При анализе неокрашенных жидкостей свет направляют в окно верхней призмы (7), закрыв окно нижней призмы щитком; при анализе темноокрашенных жидкостей свет направляют на нижнюю призму (5), а окно верхней призмы закрывают.

На передней стенке корпуса имеется продолговатая прорезь (11), в которой укреплены две шкалы: слева расположена шкала показателей преломления от 1,333 до 1,540 с ценой деления 0,001; справа находится шкала сухих веществ от 0 до 95% с ценой деления 0,2% в интервале от 0 до 50% и 0,1% в интервале от 50 до 95%, эта шкала градуирована по сахарозе.



Окуляр (13), расположенный перед прорезью, передвигается вдоль неё при помощи рычага (12), вращающегося на своей оси с одновременным передвижением компенсатора (4).

Порядок работы с рефрактометром

1. Перед началом работы необходимо проверить установку нуля-пункта рефрактометра. Установка нуля-пункта и измерения на рефрактометре необходимо проводить при одной и той же температуре. Проверка и установка нуля-пункта проводится по дистиллированной воде. При исследовании дистиллированной воды граница светотени должна находиться на делении 1,33299 шкалы n_d и 0% шкалы сухих веществ. Проверка и установка нуля-пункта по дистиллированной воде проводится следующим образом:

- открыть верхнюю камеру и промыть дистиллированной водой или спиртом поверхности измерительной и осветительной призм и насухо вытереть чистой льняной салфеткой;

- оплавленным концом палочки нанести на плоскость измерительной призмы одну две капли дистиллированной воды и закрыть верхнюю камеру;

- смещая осветитель, луч света направить в окно верхней камеры;

- перемещением рукоятки с окуляром вдоль шкалы вверх и вниз найти в поле зрения границу светотени;

- границу светотени, перемещая рукоятку, совмещают с визирной линией (если при совмещении с центром перекрестия сетки она прошла через деление шкалы $n_d = 1,33299$ и 0% шкалы сухих веществ, нуль-пункт установлен правильно).

В случае отклонения от этих значений прибор необходимо установить на нуль через отверстие (10) (рис 21).

2. Измерение показателя преломления прозрачных жидкостей и процента сухих веществ по сахарозе производится аналогично измерению дистиллированной воды при установке нуля-пункта (см. п. 1): после совмещения границы светотени с перекрестием сетки произвести отсчет по шкале показателей преломления и процента сухих веществ по сахарозе.

Измерение произвести три раза. Среднее арифметическое трех измерений является конечным результатом измерений. Измерение продуктов сахарного производства можно производить при температуре 10...30 °С с учетом поправки на температуру по таблице (таблицу взять у преподавателя). Например, если измерения производить при температуре 17°С, отсчет по шкале равен 37,8% сухих веществ. По таблице находим поправку, равную 0,22. Показание рефрактометра будет равно: $37,80 - 0,22 = 37,58$ % сухих веществ.

После проведения измерений необходимо открыть верхнюю камеру, промыть, досуха вытереть плоскости верхней и нижней камер и плавно опустить верхнюю камеру прибора.



Расчет концентраций вещества по показателям преломления раствора ведут следующими методами: по калибровочному графику, по таблицам, по рефрактометрическому фактору, методом добавок.

По калибровочному графику калибровочный график строят по растворам вещества известной концентрации (концентрация — показатель преломления), измеряют показатель преломления анализируемого раствора, и на графике по показателю преломления определяют концентрацию.

По таблицам: для многих веществ составлены таблицы, в которых приведены показатели преломления растворов с известной концентрацией.

Опыт 1. Определение состава смеси глицерин – вода методом градуировочного графика.

Ход работы. В пробирках с притертыми пробками готовят стандартные растворы смеси глицерина и воды в соотношениях, указанных в табл. 1. Растворы тщательно перемешивают. Измеряют показатели преломления чистых глицерина и воды, а также каждой смеси. Для этого на центральную часть сухой чистой поверхности нижней призмы наносят оплавленной стеклянной палочкой 1-2 капли раствора, закрывают плавно верхней призмой и определяют показатель преломления по левой шкале.

Таблица 1

Глицерин, см ³	Вода, см ³	Глицерин, см ³	Вода, см ³
1,0	9,0	6,0	4,0
2,0	8,0	7,0	3,0
3,0	7,0	8,0	2,0
4,0	6,0	9,0	1,0
5,0	5,0		

Определение проводят три раза. Полученные данные заносят в табл. 2.

Таблица 2

№ смеси глицерин – вода	Содержание глицерина, %	Показатель преломления			
		η_1	η_2	η_3	$\eta_{\text{сред}}$
1	10				
2	20				
3	30				
4	40				
5	50				
6	60				
7	70				
8	80				
9	90				



Строят калибровочный график в координатах глицерин (%) – показатель преломления. Измеряют показатель преломления анализируемого раствора и по графику находят состав смеси глицерин–вода.

Опыт 2. Определение содержания этилового спирта в алкогольных напитках

Ход работы. Одну каплю исследуемого раствора наносят на нижнюю призму рефрактометра и измеряют показатель преломления. Измеряют три раза и определяют среднее арифметическое значение показателя преломления.

Содержание этилового спирта находят по табл 3, причем, если показатель преломления определили при температуре отличной от 20°C, то его приводят к 20°C по формуле:

$$\eta_D^{20} = \eta_D^t + \frac{\Delta\eta}{\Delta t}$$

где $\Delta\eta/\Delta t$ – изменение показателя преломления при изменении температуры на 1°C; η_D^{20} – показатель преломления, при 20°C; t – температура опыта, °C.

Таблица 3

Содержание этилового спирта, мас. %	η_D^{20}	Содержание этилового спирта, мас. %	η_D^{20}
0	1,3330	35	1,3559
5	1,3362	40	1,3560
10	1,3396	45	1,3597
15	1,3433	50	1,3612
20	1,3470	55	1,3623
25	1,3504	60	1,3633
30	1,3535	65	1,3640

Опыт 3. Определение влажности меда. Показатель преломления меда зависит от содержания в нем воды.

Ход работы. Для исследования используют жидкий мед. Закристаллизовавшийся мед (1 см³) помещают в пробирку, плотно закрывают резиновой пробкой и нагревают на водяной бане при 60°C до полного растворения кристаллов; охлаждают до комнатной температуры.

Воду, сконцентрировавшуюся на внутренней поверхности стенок пробирки, и массу меда тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Одну каплю меда наносят на нижнюю призму рефрактометра и измеряют показатель преломления. Измерение проводят не менее трех раз и рассчитывают среднее значение. Показатель преломления меда на рефрактометре пересчитывают на его значение при 20°C по формуле:

$$\eta_D^{20} = \eta_D^t + 0,00023 (t - 20),$$



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



где η_d^{20} – показатель преломления при 20°C; η_d^t – показатель преломления при температуре образца; t – температура, при которой проводили исследования, °C, 0,00023 — температурный коэффициент показателя преломления.

Содержание в меде воды (в %) вычисляют по формуле:

$$\omega = 400 (1,538 - \eta_d^{20}),$$

где 400 и 1,538 – постоянные коэффициенты.

Допустимые расхождения между результатами контрольных испытаний не должны превышать 0,1%.

Опыт 4. Определение содержания сахарозы в водных растворах.

Ход работы. Одну каплю исследуемого раствора нанести на нижнюю призму рефрактометра и измерить показатель преломления. Измерения производят три раза и рассчитывают среднее арифметическое значение показателя преломления. Содержание сахарозы находят по таблице (см. табл. 4)

Таблица 4

Показатели преломления водных растворов сахарозы при 20°C (Международная шкала 1936 г.)

Сахароза, %	η_d^{20}	Сахароза, %	η_d^{20}	Сахароза, %	η_d^{20}	Сахароза, %	η_d^{20}
0	1,33299	22	1,36719	44	1,4076	66	1,4555
1	1,33443	23	1,36888	45	1,4096	67	1,4579
2	1,33588	24	1,37059	46	1,4117	68	1,4603
3	1,33733	25	1,3723	47	1,4137	69	1,4627
4	1,33880	26	1,3740	48	1,4158	70	1,4651
5	1,34027	27	1,3758	49	1,4179	71	1,4676
6	1,34176	28	1,3775	50	1,4200	72	1,4700
7	1,34326	29	1,3793	51	1,4221	73	1,4725
8	1,34477	30	1,3811	52	1,4242	74	1,4749
9	1,34929	31	1,3829	53	1,4264	75	1,4774
10	1,34783	32	1,3847	54	1,4285	76	1,4799
11	1,34937	33	1,3865	55	1,4307	77	1,4825
12	1,35093	34	1,3883	56	1,4329	78	1,4850
13	1,35250	35	1,3902	57	1,4351	79	1,4876
14	1,35408	36	1,3920	58	1,4373	80	1,4901
15	1,35567	37	1,3939	59	1,4396	81	1,4927
16	1,35728	38	1,3958	60	1,4418	82	1,4954
17	1,35890	39	1,3978	61	1,4441	83	1,4980
18	1,36053	40	1,3997	62	1,4464	84	1,5007
19	1,36218	41	1,4016	63	1,4486	85	1,5033
20	1,36384	42	1,4036	64	1,4509		
21	1,36551	43	1,4056	65	1,4532		



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



ЛИТЕРАТУРА

Основная

1. Ахметов, Н. С. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Н. С. Ахметов. – М.: Высш. шк., 2006. – 743. .
2. Барковский, Е. В. Аналитическая химия: Учеб. пособие/ Е. В. Барковский. – Мн.: Высш. шк., 2004. – 351 с.
3. Барковский, Е. В. Введение в химию биогенных элементов и химический анализ: Учеб. пос./ Е. В. Барковский, С. В. Ткачев и др. – М.: Высш. шк., 1997. –126 с.
4. Болдырев, А. И. Физическая и коллоидная химия. – М.: Высш. шк., 1983.
5. Гольбрайх, З. Е. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие/ З. Е. Гольбрайх.–М.:ООО «Издательство Астрель»,2004.–383с
6. Грандберг, И.И. Органическая химия: Учеб. для студ. вузов обучающихся на агрономических специальностях/ И. И. Грандберг. – М.: Дрофа, 2004. –672 с.
7. Князев Д. А. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Д. А. Князев, С. Н. Смарилин. – М.: Высш. шк., 1990. – 430 с.
8. Руководство к изучению курса “Общая и неорганическая химия”: Пособие для студентов нехимических специальностей/ И. Е. Шиманович [и др.]; под ред. И.Е. Шимановича. – 3-е изд. – Минск: РИВШ, 2008. – 112 с.
9. Химия. Лабораторный практикум: учеб. пособие/А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная, И. В. Ковалева, Т. В. Булак.–Минск: ИВЦ Минфина, 2015. – 320 с.
10. Угай Я. А. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Я. А. Угай. 4-е изд. – М.: Высш. шк., 2004. – 440 с.
11. Химия: учебно-методический комплекс: Учебно-методическое пособие / О. В. Поддубная, И.В. Ковалева и др. – Горки: БГСХА, 2011. – 452 с. ISBN 978-985-467-359-2
12. Хмельницкий, Р. А. Физическая и коллоидная химия: Учебник для вузов/ Р. А. Хмельницкий. – М.: Высш. шк., 1988.
13. Цитович, Н. К. Курс аналитической химии: Учебник для вузов/ Н. К. Цитович. – М.: Высш. шк., 1987. – 403 с.
14. Цыганов, А. Р. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие / А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная. – Минск: ИВЦ Минфина, 2013. – 236 с.
15. Щербина, А.Э. Органическая химия. Задачи и упражнения: Учеб. пособие / А.Э. Щербина, Л.Г. Матусевич, И.В. Сенько. – Минск : Новое знание, 2007. – 304 с.

Дополнительная

1. Белясова, Н.А. Биохимия и молекулярная биология: Учеб. пособие/ Н.А. Белясова. – Минск: Книжный дом, 2004. – 416 с.
2. Введение в лабораторный практикум по неорганической химии: Учеб. пособие / В.В. Свиридов, Г.А.Попкович и др. – Мн : Высш. шк., 2003. – 96 с.
3. Дорохова, Е. Н. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа: Учебник для почвенно-агрохимических специальностей / Е. Н. Дорохова, Г. В. Прохорова. – М.: Высш. шк., 1991. – 354 с.
4. Жарский, И. М. Теоретические основы химии: сборник задач: Учеб. пособие. – Минск.: Аверсев, 2004. – 397 с.
5. Практикум по общей и биоорганической химии: Учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. В. А. Попкова. – 3-е изд. – М.: Изд. центр «Академия», 2008. – 240 с.
6. Слесарев, В. И. Химия: основы химии живого: Учебник для вузов / В. И. Слесарев. – СПб: Химиздат, 2001. – 784 с.
7. Степин, Б. Д. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Б. Д. Степин, А.А. Цветков. – М.: Высш. шк., 1994. – 608 с.

Справочники:

1. Краткий химический справочник. – М.: Химия, 1977.
2. Кольман, Я. Наглядная биохимия: Пер. с нем/ Я.Кольман, К.Г. Рем. – М.: Мир, 2000. – 469 с.
3. Лидин, Р.А. Химические свойства неорганических веществ/ Под ред. Р.А. Лидина. – 5-е изд., стер. – М.: КолосС, 2008, – 480 с.



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Составители

Поддубная Ольга Владимировна

Ковалева Ирина Владимировна

Мохова Елена Владимировна

Шагитова Марина Николаевна