

Protokol č.7

Vypracovala: Katarína Nalevanková

Odbor: 3BCHb2

Dátum: 3.12.2022

Téma: Refraktometria

Úlohy:

1. Určenie indexov lomu homologického radu n-alkoholov pomocou refraktometra
2. Pyknometrické stanovenie mernej hmotnosti (hustoty) n-alkoholov
3. Vyjadrenie merných a mólových refrakcií jednotlivých látok na základe nameraných údajov
4. Určenie relatívnych molekulových hmotností jednotlivých meraných látok a ich porovnanie so skutočnými hodnotami
5. Zistenie mólovej refrakcie $-\text{CH}_2-$ skupiny

Teoretický úvod:

Refraktometria je optická metóda, ktorá slúži na zisťovanie indexu lomu látok v kvapalnom alebo tuhom skupenstve. Index lomu n je fyzikálna veličina, ktorá je mierou optickej hustoty skúmaného prostredia. S narastaním optickej hustoty prostredia klesá rýchlosť šírenia svetla a zväčšuje sa index lomu. Absolútny index lomu prostredia je daný vzťahom:

$$N = \frac{c}{v}$$

Prechod svetla rozhraním dvoch optických prostredí sa riadi Snellovým zákonom lomu:

$$n = \frac{N_1}{N_2} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$

Ak svetlo dopadá na rozhranie pod uhlom $0^\circ < \alpha < 90^\circ$, čiastočne sa odráža pod tým istým uhlom, čiastočne sa láme. Ak svetlo prechádza z opticky redšieho do opticky hustejšieho prostredia, dochádza k tzv. lomu ku kolmici. Ak $\alpha = 90^\circ$, zodpovedajúci uhol lomu je maximálny možný a nazýva sa medzný uhol. Ak svetlo dopadá na rozhranie pod menším ako medzným uhlom, dochádza k lomu od kolmice. Ak dosiahne veľkosť medzného uhla, svetlo sa ani neláme, ani neodráža, ale kľže sa po rozhraní.

Index lomu je závislý na hustote látky, jej polarizovateľnosti, teplote, tlaku a koncentrácii. Závisí aj od vlnovej dĺžky použitého elektromagnetického žiarenia, preto sa pri presných meraniach indexu lomu používa monochromatické žiarenie.

Závislosť indexu lomu od hustoty vyjadruje veličina merná refrakcia r . Má povahu špecifickej konštanty, ktorej hodnota nezávisí od koncentrácie, teploty, ani od tlaku. Možno ju vypočítať z Lorenz – Lorentzovho vzťahu:

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

Ak sa merná refrakcia vynásobí mólovou hmotnosťou, dostaneme mólovú refrakciu:

$$R_M = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{M}{\rho}$$

Empirický vzťah:

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{1}{\rho} = \frac{a}{M} + b$$

$$n = \frac{a'}{M} b'$$

Pomôcky:

Refraktometer, pyknometer, kadičky, termostát, n-alkoholy, filtračný papier

Postup práce:

1. Odvážime si prázdny suchý pyknometer
2. Do odváženého pyknometra postupne prelievame sadu n-alkoholov, ktoré odvážime na analytických váhach
3. Nakoniec nalejeme destilovanú vodu a opäť odvážime
4. Vypočítame hustotu
5. Určíme index lomu jednotlivých roztokov

Tabuľka č.1: Hodnoty hmotnosti, hustoty a indexu lomu radu n-alkoholov

n-alkohol	m _{p+r} [g]	m [g]	hustota [g/cm ³]	Index lomu
n-butanol	43,5062	20,3322	0,8133	1,393
n-propanol	43,184	20,01	0,8004	1,384
izo-butanol	43,1669	19,9929	0,7997	1,392
izo-propanol	42,4514	19,2774	0,7711	1,381
M:E 80:20	43,2476	20,0736	0,8029	1,341
M:E 60:40	43,1051	19,9311	0,7972	1,3465
M:E 40:60	43,3236	20,1496	0,806	1,355
M:E 20:80	43,2516	20,0776	0,8031	1,358
etanol	43,1623	19,9883	0,7995	1,3635
metanol	42,8853	19,7113	0,7885	1,3295
B:P 80:20	43,4514	20,2774	0,8111	1,3945
B:P 60:40	43,4154	20,2414	0,8097	1,393
B:P 40:60	43,3766	20,2026	0,8081	1,3905
B:P 20:80	43,4475	20,2735	0,8109	1,3875
destilovaná voda	48,0497	24,8757	0,9982	1,3325
prázdny pyknometer	23,174	0		

Tabuľka č.2: Vypočítané údaje mernej, molárnej refrakcie a molárnej hmotnosti radu n-alkoholov

n-alkohol	Merná refrakcia [cm ³ /g ¹]	Molárna refrakcia [cm ³ /mol ¹]	Molárna refrakcia tab. h. [cm ³ /mol ¹]	Relatívna chyba [%]	Molárna hmotnosť [cm ³ /mol ¹]	Molárna hmotnosť tab. h. [cm ³ /mol ¹]	Relatívna chyba [%]
n-butanol	0,3016	20,1572	22,1499	9	66,8233	74,122	9,85
n-propanol	0,2955	17,5726	17,6194	0,27	59,4657	60,0906	1,04
izo-butanol	0,301	19,839	22,1499	10,43	65,9171	58,1222	13,41
izo-propanol	0,2935	16,8325	17,6194	4,47	57,3605	60,096	4,55
M:E 80:20	0,2656	10,3509	9,1502	13,12	38,9669	34,6216	12,55
M:E 60:40	0,2695	10,9861	10,0152	9,69	40,7643	37,2031	9,57
M:E 40:60	0,2755	12,0906	10,8801	11,13	43,8932	39,7847	10,55
M:E 20:80	0,2775	12,5217	11,7451	6,61	45,1154	42,3662	6,49
etanol	0,2814	13,3771	12,6101	6,08	47,5424	44,9478	5,77
metanol	0,2575	9,1869	8,2852	10,88	35,6777	32,04	11,35
B:P 80:20	0,3027	20,6513	21,2438	2,79	68,2303	71,3168	4,33
B:P 60:40	0,3016	20,1572	20,3377	0,89	66,8233	68,5116	2,46
B:P 40:60	0,2999	19,3775	19,4316	0,28	64,603	65,7064	1,68
B:P 20:80	0,2979	18,5074	18,5255	0,1	62,1259	62,9012	1,23

Výpočty:

Výpočet ρ pre metanol:

$$\rho^{20} = \frac{m}{m_0} (\rho_0^{20} - \rho) + \rho$$

Výpočet mernej refrakcie:

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

Výpočet relatívnej molárnej hmotnosti:

$$M = \frac{a'}{n - b'}$$

Výpočet molárnej refrakcie:

$$R_M = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{M}{\rho}$$

Výpočet mólovej refrakcie homologického radu -CH₂- skupiny:

Experimentálna hodnota:

$$R_M(\text{etanol}) - R_M(\text{metanol}) = 13,3771 - 9,1869 = 4,1902 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$R_M(\text{n-propanol}) - R_M(\text{etanol}) = 17,5726 - 13,3771 = 4,1955 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$R_M(\text{n-butanol}) - R_M(\text{n-propanol}) = 20,1572 - 17,5726 = 2,5846 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$R_M(\text{priemerná}) = 3,6568 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

Tabuľková hodnota:

$$R_M(\text{etanol}) - R_M(\text{metanol}) = 12,6101 - 8,2852 = 4,00 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

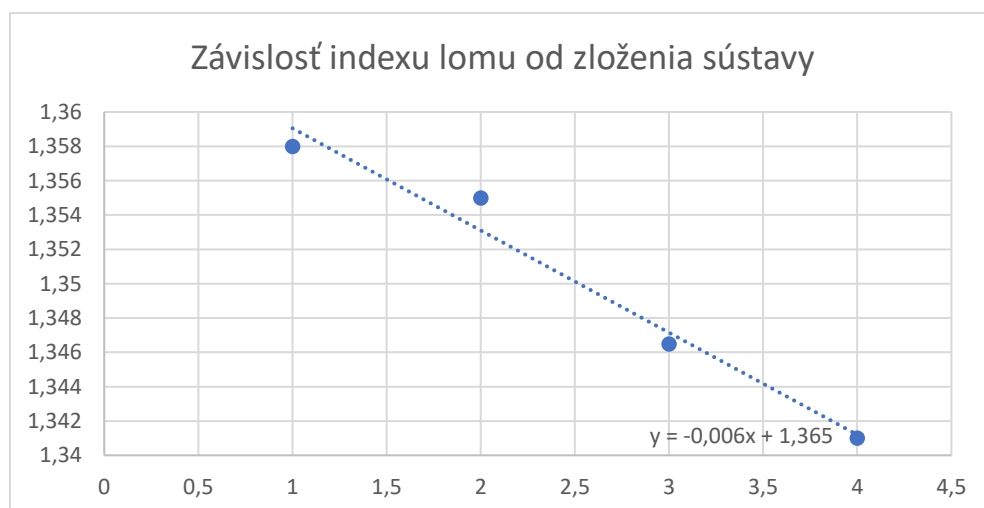
$$R_M(\text{n-propanol}) - R_M(\text{etanol}) = 17,6194 - 12,6101 = 5,0093 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$R_M(\text{n-butanol}) - R_M(\text{n-propanol}) = 22,1499 - 17,6194 = 4,5305 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$R_M(\text{priemerná}) = 4,6216 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$\text{Relatívna chyba: } \delta = \frac{4,6216 - 3,6568}{4,6216} * 100 = 20,86\%$$

Graf č.1: Závislosť indexu lomu od zloženia sústavy metanol:etanol



Záver:

Cieľom tohto praktického cvičenia bolo refraktometricky stanoviť index lomu homologického radu n-alkoholov a pyknometricky stanoviť ich hustotu. Pomocou nameraných hodnôt sme vypočítali mernú, molárnu refrakciu a molárnu hmotnosť radu n-alkoholov. Mólová refrakcia homologického radu $-\text{CH}_2-$ skupiny je $3,6568 \text{ cm}^3/\text{mol}$, čo predstavuje 20,86% chybu merania. Následne sme zostrojili grafy indexu lomu od zloženia sústavy metanol:etanol.