

Práca 4 HUSTOTA POLARIMETRIA

- Úloha 4.1A Meranie hustoty hustomerom
 4.1B Meranie hustoty Mohrovými-Westphalovými váhami
 4.2 Polarimetrické stanovenie koncentrácie sacharidov vo
 vodných roztokoch

Úloha 4.1A Meranie hustoty kvapalín hustomerom

HUSTOTA (označenie ρ) patrí medzi základné fyzikálne charakteristiky každej látky. Ak homogénna látka s objemom (V) má hmotnosť (m), jej hustota je definovaná ako podiel hmotnosti telesa a jeho objemu.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad [\text{kg m}^{-3}] \quad (1)$$

Hustota sa číselne rovná hmotnosti objemovej jednotky látky.

Podľa vzťahu (1) jednotkou hustoty v SI je kg m^{-3} .

Pri všetkých údajoch o hustote musí byť udaná teplota stanovenia merania a pri hustote plynov aj hodnota príslušného tlaku. Vplyv tlaku na hustotu tuhých a kvapalných látok sa neberie do úvahy vzhľadom na ich nepatrnú stlačiteľnosť. Závislosť hustoty od teploty je vysvetlená v Práci 3.

Hustota čistej látky pri danej teplote a tlaku je konštantná a môže slúžiť ako kritérium čistoty. V laboratóriách sa najčastejšie určuje hustota kvapalín. Pri meraniach hustoty je potrebná konštantná teplota. Zmenou teploty sa mení objem kvapaliny a tým aj jej hustota. Na meranie hustoty kvapalín na laboratórnych cvičeniach (Práce 3 a 4) budete používať pyknometre, hustomery a Mohrove-Westphalove váhy.

-**Pyknometer** slúži na presné stanovenie hustoty. Meranie je založené na presnom určení hmotnosti deklarovaného objemu (objem pyknometra) meranej látky pri danej teplote.

-**Hustomer** sa používa na rýchle, jednoduché a menej presné stanovenie hustoty. Pri mnohých meraniach je presnosť hustomerov vyhovujúca. Nevýhodou je, že táto metóda vyžaduje podstatne väčší objem kvapaliny, než je potrebný pri pyknometrických stanoveniach hustoty.

Hustomery merajú hustotu na princípe Archimedovho zákona, obrázok 4.1.

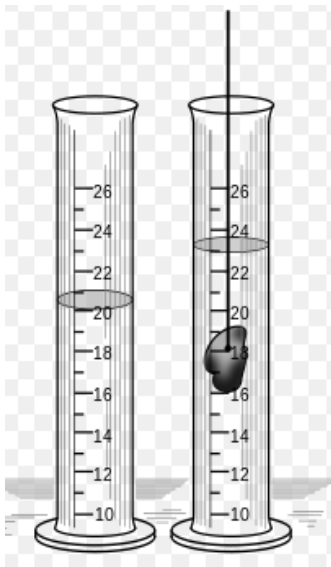
Archimedov zákon

Teleso ponorené do kvapaliny je nadľahčované hydrostatickou vztlakovou silou, ktorej veľkosť sa rovná tiaži kvapaliny vytlačenej ponorenou časťou telesa“

Hustomery (obrázok 4.2) sú sklené trubice na oboch koncoch uzatvorené. Ich dolná časť je ukončená bankou naplnenou kovovými guľôčkami (napr. olovom, niekedy ortuťou). V rozšírenej časti trubice býva teplomer. Horná časť prechádza do dlhej rúrky, ktorá má vo vnútri stupnicu, na ktorej sa odčíta hustota meranej kvapaliny.

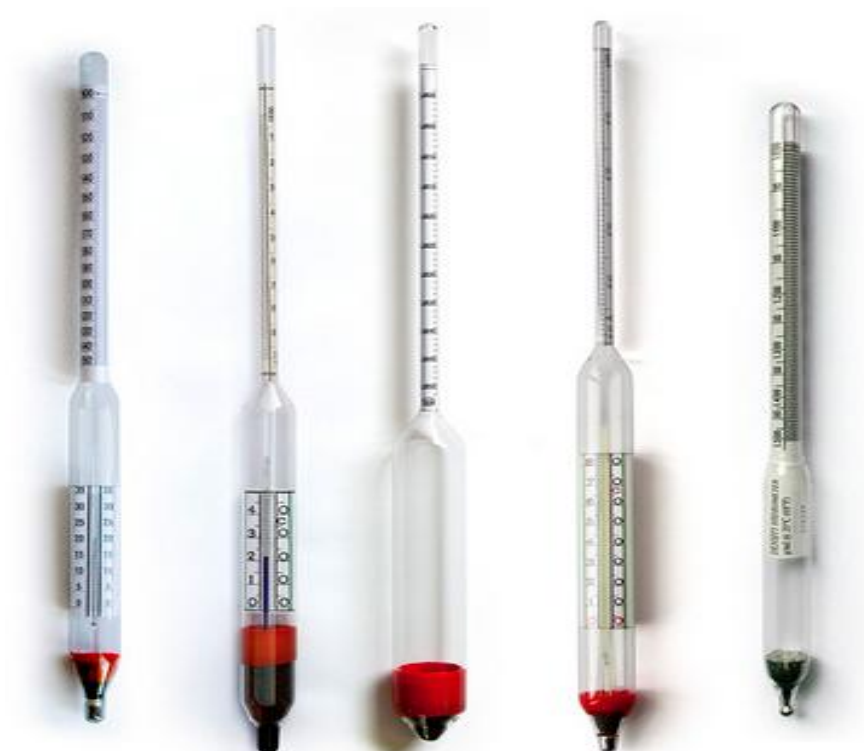
Ponorený objem plávajúceho telesa (hustomera) je nepriamo úmerný hustote kvapaliny, ktorú odčítame priamo na stupnici hustomera v rovine ponoru (obrázok 4.3b).

Hustomery merajú v rôznych rozsahoch hustôt (dodávajú sa celé sady hustomerov zahrňujúce široké rozsahy hustôt), s rôznou presnosťou (jedno až tri desatinné miesta) v jednotkách g cm^{-3} alebo kg m^{-3} .



Obrázok 4.1 Archimedovho zákona

https://sk.wikipedia.org/wiki/Archimedov_z%C3%A1kon#/media/S%C3%BAbor:Submerged-and-Displacing.svg

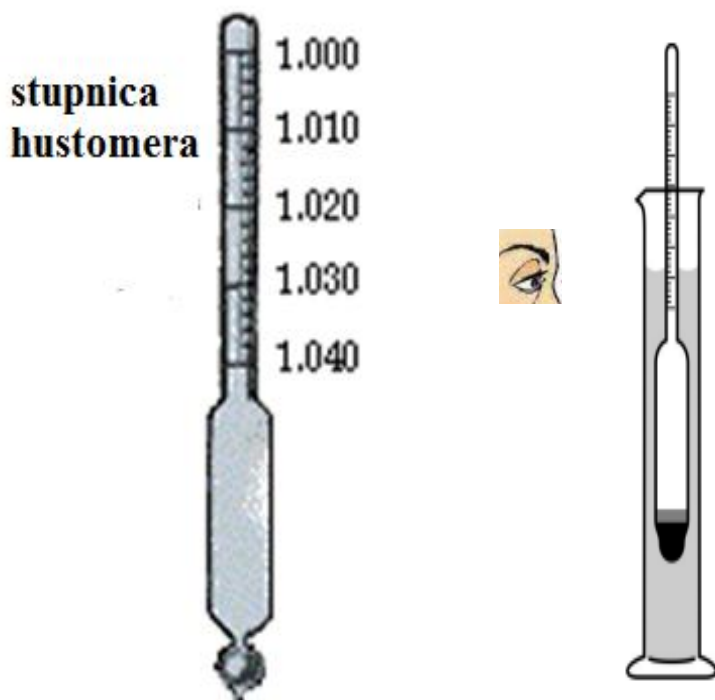


Obrázok 4.2 Rôzne konštrukcie sklenených hustomerov

Niektoré hustomery majú špecifické použitie:

- merajú koncentrácie sacharózy (sacharometre)
- cukornatosť hroznovej šťavy (muštomery)

- obsah alkoholu v roztoku (liehomery)
- obsah tuku v mlieku (laktometre)



a

b

Obrázok 4.3 Meranie hustoty hustomerom

https://anorganika.online/semester/prace/lab_5.pdf

Postup pri stanovení hustoty hustomerom

1. Kvapalinu, ktorej hustotu treba zistiť, nalejeme do odmerného valca primeranej veľkosti.
2. Kvapalina by mala byť vytemperovaná na teplotu uvedenú na hustomere.
3. Hustomer opatrne vložíme do valca tak, aby sa v kvapaline voľne vznášal (plával v zvislej polohe). Hustomer ponárame do kvapaliny opatrne a pomaly, pridržíme ho, aby sa pri prudkom ponorení nerozbil o dno valca.
4. Na stupnici hustomera priamo odčítame hustotu meranej kvapaliny pri dolnej časti jej menisku (oči musia byť vo výške menisku) - obrázok 4.3b.
5. Hustomer sa pri meraní musí voľne vznášať v kvapaline, nesmie sa dotýkať stien valca a nesmie byť zvlhčená stupnica nad hladinou kvapaliny.

Cieľ práce

Stanoviť hustoty destilovanej vody a troch pripravených roztokov vybraného sacharidu (glukóza, fruktóza, sacharóza) s rôznymi koncentraciami hustomerom.

Pomôcky

hustomer, odmerný valec, destilovaná voda, roztoky sacharidu, filtračný papier, laboratórny teplomer

Postup

1. Odmerný valec po opláchnutí destilovanou vodou, naplňte destilovanou vodou asi 5-7 cm pod okraj.
2. Do valca vložte opatrne hustomer a zároveň hladiny kvapaliny odčítajte na stupnici hustomera hustotu (ρ_k - obrázok 4.3). Nameranú hodnotu zapíšte do tabuľky 4.1.
3. Hustomer opatrne vyberte z valca, keďže je len od destilovanej vody, stačí ho osušiť filtračným papierom. Pri ostatných meraných roztokoch ho opláchnite stričkou s destilovanou vodou a až potom osušte filtračným papierom.
4. Destilovanú vodu vylejte do odpadovej kadičky, valec opláchnite malým množstvom prvého meraného roztoku. Roztok nalejte do valca a vložte čistý, suchý hustomer. Odčítajte hustotu roztoku a zapíšte ju do tabuľky 4.1.
5. Po skončení merania, roztok nalejte späť do zásobnej fľaše.
6. Rovnako postupujte pri meraniach hustôt ďalších dvoch roztokov. Namerané hodnoty zapisujte do tabuľky 4.1.
7. Odmerajte teplotu vody (t) a zapíšte ju do tabuľky 4.1.

Tabuľka 4.1 Hustoty roztokov (ρ_k) namerané hustomerom

t °C sacharid.....

roztok	ρ_k hustomer [kg m^{-3}]
destilovaná voda	
1	
2	
3	

Práca 4.1B Meranie hustoty roztokov Mohrovými-Westphalovými váhami

Mohrove-Westphalove váhy (MWV) - obrázok 4.4 sú malé nerovnoramenné pákové váhy, na meranie hustoty kvapalín.

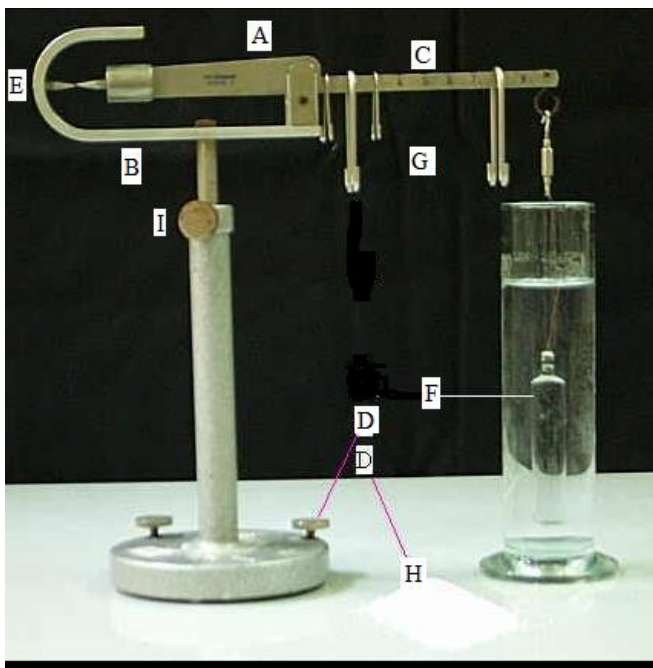
Meranie je založené rovnako ako pri hustomeroch na Archimedovom zákone.

1. Základom Mohrových-Westphalových váh je vahadlo - obrázok 4.4A, s dvomi rôzne dlhými ramenami.
2. Na konci dlhšieho ramena obrázok 4.4C sa na háčik zavesí sklenené ponorné teliesko s teplomerom - obrázok 4.4F. Teliesko musí byť najprv zavesené na vzduchu (neponorené do kvapaliny). Hmotnosť telieska je zvolená tak, že v tomto východiskovom stave sú váhy v rovnováhe.
3. Ak váhy nie sú v rovnováhe, nastavíme ju pomocou otočného korekčného závažia – obrázok 4.4B.

Korekčným závažím otáčame dovtedy, kým brity (hroty - obrázok 4.4E) nie sú oproti sebe. Rovnováhu už viac nenastavujeme - korekčným závažím počas ďalších meraní nehýbeme.

4. Kontrolu váh robíme kontrolným meraním hustoty destilovanej vody. Do odmerného valca nalejeme destilovanú vodu a do nej ponoríme teliesko (sklenené teliesko s tenkým drôtikom priviazané k háčiku) - obrázok 4.4F tak, aby sa nedotýkalo stien ani dna valca.

5. Otáčaním zdvíhacej skrutky ramena - obrázok 4.4I, upravíme ponor telieska tak, aby bola vo vode ponorená len jeho sklenená časť (drôtik nie).



Obrázok 4.4 Mohrove- Westphalove váhy s príslušenstvom

6. Po ponorení telieska do kvapaliny sa poruší nastavená rovnováha, lebo proti jeho tiaži pôsobí vztlaková sila. Rovnováhu obnovíme zavesovaním závaží (háčikov) - obrázok 4.4C na očíslované ryhy na dlhšom ramene vahadla - obrázok 4.3G.

7. Vztlaková sila, ktorá pôsobí na teliesko po jeho ponorení do kvapaliny je úmerná hustote meranej kvapaliny. Ak túto silu vyrovnáme vhodnou kombináciou zavesených závaží, z poradia obsadených rýh na ramene vahadla (p_1, p_2, p_3) a použitých závaží určíme hustotu kvapaliny - obrázok 4.5 (pravá časť obrázku) nasledovne: Začneme najťažším závažím (najväčší háčik) a pokračujeme ďalšími. Veľkosť závažia (Z_1) udáva stovky, (Z_2) desiatky, (Z_3) jednotky hustoty (kg m^{-3}).

Z obrázku 4.5 by sme odčítali hustotu kvapaliny $Z_1p_1 + Z_2p_2 + Z_3p_3 = 935 \text{ kg m}^{-3}$, alebo $0,935 \text{ g cm}^{-3}$.

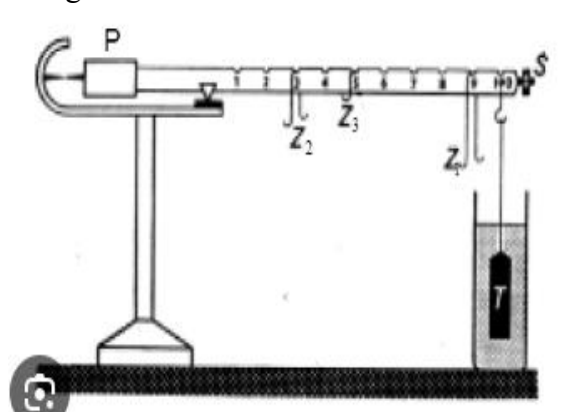
8. Závažia pridávame a premiestňujeme dovtedy, kým brity (hroty) váh nebudú oproti sebe. Zároveň upravujeme ponor telieska tak, aby bola vo vode ponorená vždy len jeho sklenená časť (drôtik nie). Potom odčítame hustotu.

9. Rovnako meriame aj hustoty troch pripravených roztokov vybraného sacharidu s neznámymi koncentraciami.

Poznámky k meraniam:

- Poloha 10 na ramene váh sa nachádza na háčiku so zaveseným telieskom.

- V sade závaží sú zvyčajne dve najťažšie závažia, aby bolo možné odmerať hustoty väčšie ako $1\,000\text{ kg m}^{-3}$.



Obrázok 4.5 Meranie hustoty na Mohrových-Westphalových váhach

<https://www.zadania-seminarky.sk/meranie/hustota-kvapalin/10317>

- Pri každej zmene polohy niektorého zo závaží treba upraviť polohu telieska v kvapaline.
- Pri meraní hustoty destilovanej vody sú váhy správne nastavené, ak vyššie uvedeným postupom odmeriame tabuľkovú hodnotu destilovanej vody ($\rho_{\text{voda tab.}}$).

Cieľ práce

- Stanoviť hustoty destilovanej vody a troch roztokov sacharidov (glukóza, fruktóza alebo sacharóza) s rôznymi hmotnostnými percentami Mohrovými-Westphalovými váhami.
- Výsledky meraní porovnať s meraním hustoty rovnakých roztokov hustomerom.

Pomôcky

Mohrove-Westphalove váhy s ponorným telieskom a závažím, odmerný valec, roztoky sacharidov (glukóza, fruktóza alebo sacharóza) s rôznymi hmotnostnými percentami.

Postup

1. Skontrolujte rovnovážnu polohu Mohrových-Westphalových váh na vzduchu, podľa vyššie uvedeného postupu.
2. Sklenený valec opláchnite destilovanou vodou, naplňte ho destilovanou vodou, asi 5 cm pod okraj a odmerajte hustotu Mohrovými-Westphalovými váhami ($\rho_{k\text{ MWV}}$).
3. Rovnako postupujte pri meraní pripravených roztokov vybraného sacharidu.
4. Namerané hodnoty zapisujte do tabuľky 4.2 v základných jednotkách - kg m^{-3} aj g cm^{-3} .
5. Po skončení meraní teliesko i valec opláchnite vodou, destilovanou vodou, osušte ich a odložte.

Spracovanie výsledkov

Porovnajte hustotu destilovanej vody stanovenej pomocou Mohrových-Westphalových váh (MWV) s hodnotou hustoty v tabuľke priloženej pri Úlohe 4. v laboratóriu, pri teplote experimentu. Ak sa tieto nelíšia na treťom desiatinnom mieste, je hustota vody i roztokov sacharidov správne nameraná.

Ak sa hustoty líšia, potom vypočítajte korigované hodnoty hustoty roztokov - ($\rho_{MW \text{ korig.}}$) podľa vzťahu (2):

$$\rho_{k \text{ MWV korig}} = \frac{\rho_{\text{voda z tabuliek}}}{\rho_{\text{voda nameraná MWV}}} \rho_{\text{roztoku nameraná MWV}} \quad (2)$$

$\rho_{k \text{ MWV roztoku korig}}$ je korigovaná hustota roztoku [kg m^{-3}]

$\rho_{\text{voda z tabuliek}}$ je hustota destilovanej vody odčítaná pri nameranej teplote z tabuliek [kg m^{-3}]

$\rho_{\text{voda nameraná MWV}}$ je nameraná hustota destilovanej vody Mohrovými-Westphalovými váhami [kg m^{-3}]

$\rho_{\text{roztoku nameraná MWV}}$ je nameraná hustota roztokov Mohrovými-Westphalovými váhami [kg m^{-3}]

MWV je skratka pre Mohrove-Westphalové váhy

V závere protokolu porovnajte hustoty roztokov stanovené hustomerom a Mohrovými-Westphalovými váhami.

Tabuľka 4.2 Hustoty roztokov namerané hustomerom a Mohrovými-Westphalovými váhami

$t = \dots\dots\dots^\circ\text{C}$ $\rho_{\text{voda z tabuliek}} = \dots\dots\dots\text{kg m}^{-3}$

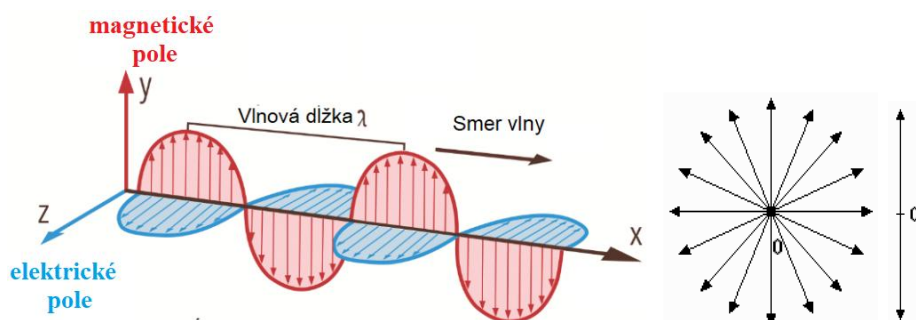
roztok	ρ_k hustomer [kg m^{-3}]	ρ_k MWV [kg m^{-3}]	ρ_k MWV [g cm^{-3}]	ρ_k MWV korig [g cm^{-3}]
destilovaná voda				
1				
2				
3				

MWV – Mohrove-Westphalove váhy

Úloha 4.2 Polarimetrické stanovenie koncentrácie sacharidov vo vodných roztokoch

Táto úloha patrí do časti fyziky - optika

Svetlo je priečne elektromagnetické vlnenie, v ktorom sú vektory elektrickej intenzity ($\vec{E}$) a magnetickej indukcie ($\vec{B}$) navzájom kolmé (obrázok 4.6a).



a b c

Obrázok 4.6 a Elektromagnetické vlnenie, os x - smer šírenia vlny, os y - vektor magnetickej indukcie ($\vec{B}$), os z - vektor elektrickej intenzity ($\vec{E}$)

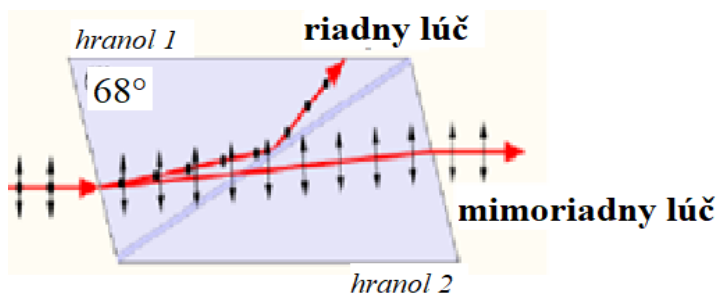
b Schematické znázornenie nepolarizovaného svetla

c Schematické znázornenie polarizovaného svetla

[https://www.wikiskripta.eu/index.php?title=Polarimetrie_\(2._LF_UK\)&veaction=edit§ion=3](https://www.wikiskripta.eu/index.php?title=Polarimetrie_(2._LF_UK)&veaction=edit§ion=3)

Bežné zdroje svetla vysielajú tzv. nepolarizované žiarenie, v ktorom vektor elektrickej intenzity ($\vec{E}$) môže mať náhodný smer v rovine kolmej na smer šírenia svetla (obrázok 4.6.b). Ak vektor $\vec{E}$ kmitá iba v jednom smere kolmom na smer šírenia, žiarenie označujeme ako lineárne polarizované (obrázok 4.6.c).

- **Polarizácia žiarenia** sa dosahuje najčastejšie odrazom, lomom, dvojlomom alebo polarizátormi. Polarizácia dvojlomom nastáva pri prechode svetla anizotropným prostredím. V takomto prostredí sa lúč svetla rozdelí na dva, riadny a mimoriadny lúč, ktoré sa šíria rôznymi smermi a rýchlosťami. Lúče sú polarizované v navzájom kolmých rovinách. Na získanie polarizovaného svetla sa často využíva Nicolov hranol (obrázok 4.7).



Obrázok 4.7 Nicolov hranol

- **Nicolov hranol** je vyrobený z dvoch vybrúsených hranolov z islandského vápenca zlepených kanadským balzámom. Prirodzené svetlo dopadajúce do Nicolu sa dvojlomom rozdelí na riadny a mimoriadny lúč. Riadny lúč sa na rozhraní hranolov úplne odráža do bočnej steny, ktorá ho absorbuje. Na výstupe Nicolu sa získa len lúč mimoriadny. Nicolov hranol sa pri polarimetrických meraniach používa ako polarizátor aj analyzátor.

- **Polarimetria** je kvalitatívna i kvantitatívna metóda, pri ktorej meriame uhol otočenia roviny polarizovaného žiarenia (α) v roztokoch opticky aktívnych látok.

- **Opticky aktívne látky** sú také látky, ktoré sú schopné otáčať rovinu polarizovaného svetla.

Prechodná optická aktivita vyplýva zo stavby kryštálovej mriežky a po rozpustení látky vymizne.

Trvalá optická aktivita je dôsledkom takeého usporiadania atómov v molekule, ktoré sa nedá stotožniť so svojim zrkadlovým obrazom. V organických molekulách býva optická otáčavosť spôsobená prítomnosťou atómu uhlíka, na ktorý sú naviazané štyri rôzne substituenty. Medzi opticky aktívne molekuly patria napríklad molekuly sacharidov a aminokyselín.

Poznáme pravotočivé opticky aktívne látky, ktoré otáčajú polarizačnú rovinu v smere chodu hodinových ručičiek (uhol otočenia je kladný) a ľavotočivé, ktoré ju otáčajú proti smeru hodinových ručičiek (uhol otočenia je záporný). Pravotočivá je napr. sacharóza, kým fruktóza je ľavotočivá.

- **Uhol otočenia roviny polarizovaného svetla (α)** závisí od:

- charakteru a vlastností skúmanej látky
- hrúbky vrstvy, ktorou prechádza polarizované svetlo (d)
- koncentrácie látky v roztoku
- vlnovej dĺžky použitého žiarenia (λ) - najčastejšie sa používa vlnová dĺžka žltej čiary sodíkového spektra ($\lambda = 589 \text{ nm}$)

- teploty roztoku (t)
- pri niektorých látkach aj od pH prostredia (napr. aminokyseliny)

Uhol otočenia (α) je priamo úmerný koncentrácii meranej opticky aktívnej látky (látka sa označuje sa indexom B) - (c_B), hrúbke vrstvy cez ktorú prechádza polarizované žiarenie (d) a konštante $[\alpha]_\lambda^t$ a vypočíta sa podľa vzťahu (3):

$$\alpha = [\alpha_m]_\lambda^t c_B d \quad [^\circ] \quad (3)$$

α je uhol otočenia opticky aktívnej látky $[^\circ]$

$[\alpha_m]_\lambda^t$ je špecifická otáčavosť opticky aktívnej látky $[^\circ \text{ m}^2 \text{ mol}^{-1}]$

c_B je molárna koncentrácia opticky aktívnej látky v roztoku $[\text{mol m}^{-3}]$

d je hrúbka vrstvy, ktorou prechádza žiarenie = dĺžka polarimetrickej trubice $[\text{m}]$

t je teplota merania $[^\circ\text{C}]$

λ je vlnová dĺžka žltej čiary sodíkového spektra ($\lambda = 589 \text{ nm}$)

- **Molárna otáčavosť** $[\alpha_m]$ vyjadrená zo vzťahu (3):

$$[\alpha_m]_\lambda^t = \frac{\alpha}{c_B d} \quad [^\circ \text{ m}^2 \text{ mol}^{-1}] \quad (4)$$

Definícia:

Molárna otáčavosť $[\alpha_m]_\lambda^t$ je definovaná ako uhol otočenia roviny polarizovaného žiarenia (α) po prechode vrstvou roztoku opticky aktívnej látky hrúbky $d = 1 \text{ m}$, ktorej molárna koncentrácia ($c_B = n/V$) je 1 mol opticky aktívnej látky v 1 m^3 roztoku pri teplote 20°C .

- **Špecifická otáčavosť** (tiež merná otáčavosť - označenie $[\alpha]_\lambda^t$) vyjadruje otáčavosť cez hmotnostnú koncentráciu - vypočíta sa podľa vzťahu (5)

$$[\alpha]_\lambda^t = \frac{\alpha V_{\text{roztoku}}}{m_B d} \quad [^\circ \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}] \quad (5)$$

Definícia:

Špecifická otáčavosť $[\alpha]_\lambda^t$ je definovaná ako uhol otočenia roviny polarizovaného žiarenia (α) po prechode vrstvou roztoku opticky aktívnej látky hrúbky $d = 1 \text{ m}$, ktorej hmotnostná koncentrácia (m/V) - $m = 1 \text{ kg}$ opticky aktívnej látky, $V = 1 \text{ m}^3$ roztoku pri teplote 20°C .

Zloženie roztokov obsahujúcich sacharidy (označme **B**) sa najčastejšie vyjadruje v hmotnostných percentách (W_B), z toho dôvodu upravíme vzťah (5) tak, aby sme pri výpočtoch používali W_B :

- za objem roztoku V_{roztoku} dosadíme z hustoty:

$$V_{\text{roztoku}} = \frac{m_{\text{roztoku}}}{\rho_{\text{roztoku}}} \quad [\text{m}^3] \quad (6)$$

m_{roztoku} je hmotnosť roztoku $[\text{kg}]$

ρ_{roztoku} je hustota roztoku $[\text{kg m}^{-3}]$

Po dosadení vzťahu (6) do (5), dostaneme:

$$[\alpha]_\lambda^t = \frac{\alpha m_{\text{roztoku}}}{m_B \rho d} \quad [^\circ \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}] \quad (7)$$

- symboly m_B a m_{roztoku} nahradíme hmotnostnými percentami (W_B):

$$W_B = \frac{m_B}{m_{\text{roztoku}}} 100\% \quad [\%] \quad (8)$$

potom:

$$[\alpha]_{\lambda}^t = \frac{\alpha 100}{W_B \rho d} \quad [^{\circ} \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}] \quad (9)$$

Z uvedených úprav výsledný vzťah pre výpočet hmotnostných percent opticky aktívnej látky v roztoku má tvar:

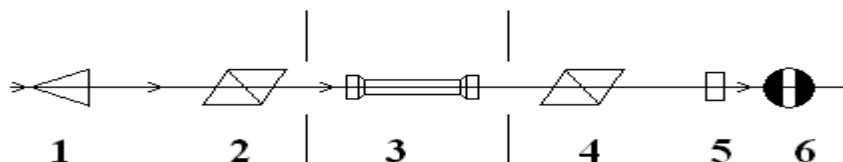
$$W_B = \frac{\alpha}{[\alpha]_{\lambda}^t \rho_{\text{roztoku}} d} 100\% \quad [\%] \quad (10)$$

- Využitie polarimetrie

• Ak poznáme molárnu (alebo špecifickú) otáčavosť skúmanej opticky aktívnej látky, pomocou uhla otočenia roviny polarizovaného svetla môžeme stanoviť koncentráciu opticky aktívnej látky. Z tohoto dôvodu polarimetria našla uplatnenie v kvantitatívnej analýze (napríklad v cukrovarníctve - meranie obsahu cukru v roztokoch, v medicíne - meranie obsahu glukózy v moči).

• Polarimetrické merania sa používajú tiež na identifikáciu látok (kvalitatívna analýza). Vtedy na základe zistených uhlov otočenia roviny polarizovaného svetla roztokmi so známou koncentráciou opticky aktívnej látky zisťujeme jej molárnu (alebo špecifickú) otáčavosť.

- **Polarimeter** (obrázok 4.8) je prístroj, ktorým meriame uhly otočenia opticky aktívnych látok v roztokoch.



Obrázok 4.8 Schéma polarimetra: 1- zdroj svetla, 2 - polarizátor, 3 - polarimetrická trubica, 4 - analyzátor, 5 - okulár, 6 - zorné pole okulára

Hlavnými časťami polarimetra sú:

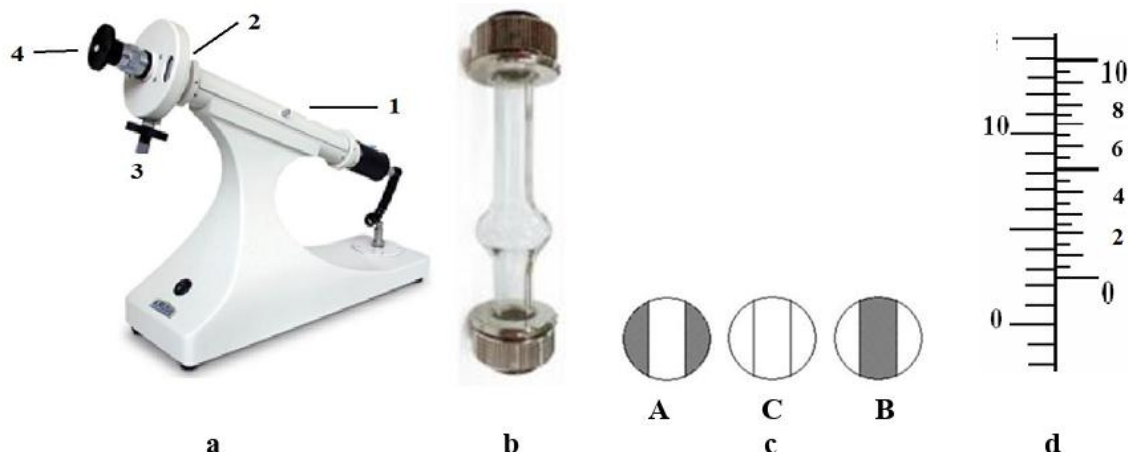
- **Polarizátor** (obrázok 4.8-2) - Nikolov hranol, ktorý je bližšie k zdroju svetla sa, je pevný a získavame ním polarizované svetlo.

- **Analyzátor** (obrázok 4.8-4) - Nikolov hranol, vzdialenejší od zdroja je otáčavý, zisťujeme uhol otočenia - α).

- **Polarimetrická trubica** - obrázok 4.8-3 a 4.9b, do ktorej sa nalievajú merané roztoky. Je to sklenená trubica opatrená závitmi, zátkami s tesneniami a skrutkami na oboch stranách. Malým množstvom meraného roztoku trubicu najprv opláchneme, nalejeme do nej roztok tak, aby sa po jej naplnení nad závitom vytvoril mierne vypuklý povrch (kopček) kvapaliny. Trubicu uzatvoríme zátkou a skrutkou. Snažíme sa, aby v trubici zostalo čo najmenej bubliniek (ich prítomnosť v trubici znemožňuje meranie). Niektoré polarimetrické trubice majú v hornej časti rozšírenú časť do banky, tzv. výdut', v ktorej sa môžu bublinky zachytiť. Takto pripravenú trubicu - obrázok 4.9b utrieme a vložíme do polarimetra - obrázok 4.9a.

Meranie polarimetrom

Nepolarizované svetlo zo zdroja prechádza najprv polarizátorom. Vzniknuté polarizované



Obrázok 4.9 a - polarimeter, **b** - polarimetrická trubica, **c** - **A, B** krajné a **C** stredná poloha zorného poľa polarimetra pri meraní uhla otočenia, **d** - stupnice polarimetra a odčítanie uhla otočenia

<https://profilab24.com/en/laboratory/analytical-devices/akruess-optronic-p1000-manual-lab-polarimeter>

svetlo ďalej prechádza polarimetrickou trubicou. Ak je trubica naplnená roztokom opticky aktívnej látky, nastane otočenie polarizačnej roviny o uhol α . Na to, aby analyzátor úplne prepustil toto svetlo, je potrebné pootočiť ho o rovnaký uhol α vzhľadom na polarizátor. Tento uhol odčítame na stupnici.

Na polarimetrické merania v laboratóriu budete používať polarimeter (Krüss) - (obrázok 4.9a). Na prednej doske má polarimeter po oboch stranách výrezy s dvomi stupnicami (obrázok 4.9a-2). Na vonkajšej strane výrezov je **veľká stupnica** (obrázok 4.9d), jej hodnoty sú v rozsahu 0-180°. Každý jej dielik zodpovedá uhlu otočenia $\alpha = 1^\circ$. Oproti nej, vo vnútornej strane výrezov, je malá - **tzv. nóniová stupnica**, ktorej delenie je 0-10 s hodnotou dielika 0,5. Na veľkej stupnici odčítame celé stupne a na nóniovej stupnici desatiny a stotiny stupňov. Pri polarimetrických meraniach odčítame hodnoty na dve desatinné čísla. Polarimetrickou skrutkou (obrázok 4.9a-3) umiestnenou v spodnej časti prednej dosky prístroja, pod okulárom, nastavíme hodnotu 0 (nula) na malej stupnici presne oproti hodnote 0 (nula) na veľkej stupnici. V tejto polohe je orientácia polarizátora a analyzátor rovnaká. Ak je trubica polarimetra prázdna, vidíme v okulári (obrázok 4.9a-4) homogénne osvetlené svetelné pole (obrázok 4.9c - časť C). Po vložení trubice s meraným roztokom vidíme svetelné pole (obrázok 4.9c - časť A), ktoré môžeme označiť **prvou krajnou polohou**. Polarimetrickou skrutkou otáčame doľava dovtedy, kým v okulári nezbadáme zmenu sfarbenia zorného poľa (obrázok 4.9c - časť B), ktorú označíme **druhou krajnou polohou**. Keď poznáme obe krajné polohy (obrázok 4.9c - časť A a B), pomaly otáčame polarimetrickou skrutkou späť a snažíme sa nájsť medzi týmito krajnými polohami tzv. **strednú polohu**, pri ktorej sú všetky časti zorného poľa rovnako osvetlené (obrázok 4.9c - časť C).

Po nastavení odčítame uhol otočenia (α) nasledovne:

Sledujeme 0 (nulu) na nóniovej stupnici a určíme, medzi ktorými dielikmi veľkej stupnice sa nachádza. Menšiu hodnotu, ktorá sa rovná celým stupňom, odčítame. Na obrázku 4.9d sa nula nóniovej stupnice nachádza medzi dielikmi 2 a 3, teda odčítame 2° . Desatiny a stotiny

stupňa odčítame na nóniovej stupnici tak, že nájdeme dielik, ktorý je presne oproti niektorému dieliku veľkej stupnice a odčítame dielik na nóniovej stupnici = desatiny a stotiny stupňa (na obrázku 4.9d je to 8,5 dielik teda odčítame 0,85°). Odčítané hodnoty na oboch stupniciach sčítame. (Výsledná hodnota uhla otočenia na obrázku 4.9d je 2,85°).

Cieľ práce

- Namerať uhly otočenia pripravených roztokov vybraného sacharidu.
- Vypočítať hmotnostné percentá roztokov z polarimetrických meraní.

Pomôcky

polarimeter, pipety, roztoky sacharidov (glukóza, fruktóza, sacharóza), destilovaná voda, filtračný papier

Postup

1. Čistú polarimetrickú trubicu opláchnite malým množstvom meraného roztoku, uzatvorte, osušte a skontrolujte, či je roztok v trubici bez veľkých vzduchových bubliniek.
2. Odmerajte 5-krát uhol otočenia (α_1 -s) pre prvý roztok a hodnoty zapíšte do tabuľky 4.3.
3. Roztok z polarimetrickej trubice po zmeraní vylejte späť do zásobnej fľaše a rovnako postupujte pri meraní ostatných roztokov.
4. Po skončení všetkých meraní odmerajte ešte hodnotu (α_0 - uhol otočenia bez roztokov v polarimetri), ktorý by mal byť okolo hodnoty nula a výsledok zapíšte do tabuľky 4.3.
5. Do tabuľky 4.3 zapíšte laboratórnu teplotu (t) a odpíšte tiež dĺžku polarimetrickej trubice.
6. Po skončení všetkých meraní polarimetrickú trubicu rozoberte, všetky jej časti dôkladne opláchnite destilovanou vodou, osušte ich a uložte.

Spracovanie výsledkov

Do tabuľky 4.3 vypočítajte:

1. Z nameraných hodnôt uhlov otočenia (α_1 -s) priemerné hodnoty ($\bar{\alpha}$).
2. Korigované hodnoty uhlov otočenia (α_k) podľa vzťahu (11):

$$\alpha_k = \bar{\alpha} - \alpha_0 \quad [^\circ] \quad (11)$$

dolný index k označuje kvapalinu

3. Hodnoty koncentrácie roztokov vyjadrených hmotnostnými percentami (W_B) pre všetky merané roztoky podľa vzťahu (10). Za hustoty roztokov dosadzujte korigované hustoty stanovené Mohrovými-Westphalovými váhami ($\rho_{k \text{ MWV korig}}$) z tabuľky 4.2, v jednotkách kg m^{-3} ,
4. Hodnoty špecifických otáčavostí sacharidov - $[\alpha]_D^t$ nájdete v tabuľke 4.4.
5. Všetky z tabuliek zistené aj vypočítané hodnoty zapíšte do tabuľky 4.3.

Tabuľka 4.3 Namerané a vypočítané hodnoty pre polarimetrické merania roztokov sacharidov
 $t = \dots\dots\dots^\circ\text{C}$, $d = \dots\dots\dots\text{m}$, $\alpha_0 = \dots\dots\dots^\circ$, meraný sacharid.....

$[\alpha]_d^t = \dots\dots\dots^\circ \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$

roztok	$\alpha_{k\ 1-5} [^\circ]$	$\bar{\alpha} [^\circ]$	$\alpha_k [^\circ]$	ρ_k MWV korigovaná [kg m^{-3}]	$W [\%]$
dest. voda					
1					
2					
3					

dolný index k označuje kvapalinu

Tabuľka 4.4 Tabuľkové hodnoty špecifických otáčavosti vybraných sacharidov

sacharid	$[\alpha]_d^t \text{ tab. } [^\circ \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}]$
glukóza	0,527
fruktóza	-0,924
sacharóza	0,655