

Návod k polarimetru

Obsluha

Polarimetr slouží k měření optické otáčivosti roztoků. Zdrojem monochromatického světla je sodíková lampa, kterou je třeba před měřením zapnout co nejdříve. Světlo prochází hranolem z islandského vápence, který propustí ze světla sodíkové lampy pouze světlo polarizované v jedné rovině.

Roztoky se umísťují do skleněné kyvety o délce 20cm. Roztok v kyvetě musí být dokonale homogenní a bez bublin, o čemž se přesvědčíme pohledem přes okénko kyvety. Kyveta s roztokem se vkládá do lože polarimetru, kryt se pro běžnou práci zavírat nemusí.

Měření úhlu otáčivosti

Ostření polarimetru provádíme tak, že přidržíme osu polarimetru spojenou s analytickým hranolem a současně otáčíme okulárem. Přitom napomáháme snadnému otáčení tím, že mírným tahem k sobě či tlakem od sebe vysouváme či zasouváme okulár. Ostření nesmí být násilné.

Detekce úhlu stočení polarizovaného světla. V zorném poli okuláru vidíme v zaostřeném stavu kruhové zorné pole skládající se ze dvou půlkruhů, jejichž světelná intenzita se mění v závislosti na úhlu, který zaujímá analytický hranol vůči polarizační rovině světla do hranolu vstupujícího. Chceme-li měřit úhel otáčivosti otáčíme osou polarimetru tak, aby se oba půlkruhy jevily stejně tmavé. K jemnému otáčení osy polarimetru je možné použít aretační šroub, který je umístěn na přední straně polarimetru vpravo dole z boku. Šroub je funkční zacvakneme-li jej směrem nahoru. Otáčení aretačního šroubu se přenáší na jemný pohyb osy polarimetru. Pokud chceme provést větší pohyb osou polarimetru, aretační šroub vždy odjistíme.

Stupnice polarimetru. Vpravo i vlevo na čelní straně polarimetru je umístěno okénko, kterým je možné vidět (osvětlení stupnic se zapíná páčkami po stranách nohy polarimetru) dvě hlavní stupnice polarimetru a to ve stupních úhlových ($^{\circ}$) a ve stupních Venckeho ($^{\circ}\text{V}$). Tyto hlavní stupnice se liší mimo jiné dělením. Stupnice pro úhel ve stupních je po $0,25^{\circ}$ a stupnice Venckeho po 1°V . Pro správné měření je nutné, abychom v levém okénku odečítali úhlové stupně a v pravém stupně Venckeho. To proto, že v levém okénku je mimo hlavní stupnice i stupnice pomocná pro odečet úhlu otáčivosti a v pravém okénku je vidět stupnice pomocná pro odečet stupňů Venckeho. Pomocné stupnice mají takové dělení, aby bylo možné zpřesnit odečet (pomocná stupnice pro stupně úhlové ± 25 dílků, pomocná stupnice pro stupně Venckeho ± 10 dílků).

Výběr správné pozice analytického hranolu pro měření. Důležité pro odečet je správná pozice stupnice otáčivou osou spojené s analytickým hranolem. Pokud budeme postupným otáčením o 360° úhlových stupňů hledat pozici, kdy jsou oba půlměsíce shodného jasu, zjistíme celkem 4 takové pozice vzájemně posunutě o 90° úhlových stupňů. Dvě z nich, které jsou podstatně jasnější nežli zbývající dvě a které jsou vzájemně posunuty o 180° úhlových stupňů, nepoužíváme. Ze zbývajících dvou podstatně tmavějších vybereme tu pozici, při které je hlavní stupnice v úhlových stupních v levém okénku při pomocné stupnici dělené na ± 25 d.

Odečet úhlových stupňů otáčivosti. Provádíme v levém okénku polarimetru ve stavu kdy máme nastavenou správnou pozici analytického hranolu a oba půlměsíce v zorném poli jsou stejně tmavé (přesné nastavení dosáhneme otáčením aretačního šroubu). Pouze za těchto

podmínek nula ve středu pomocné stupnice míří na hodnotu úhlu otáčivosti (například mezi čárky označující $13,50^\circ$ a $13,75^\circ$).

Otáčivost ve stupních lze určit s přesností na setiny. Počet setin, které je třeba přičíst nebo odečíst zjistíme ze zákrytu mezi čárkami na pomocné a hlavní stupnici (analogické principu posuvného strojírenského měřítka). Takové zákrytové pozice najdeme dvě, jednu v horní polovině pomocné stupnice (např. zákryt mezi 19 dílkem a hodnotou $11,00^\circ$) a druhou v dolní polovině (např. zákryt mezi 6 dílkem a hodnotou $15,00^\circ$).

- V případě, že použijeme **zákryt v dolní polovině** je nutné zákrytovou hodnotu na pomocné stupnici (6d tj. $0,06^\circ$) k hodnotě nižší na hlavní stupnici ($13,50^\circ$) **přičítat** ($13,50+0,06=13,56^\circ$).
- V případě, že použijeme **zákryt v horní polovině** je nutné zákrytovou hodnotu na pomocné stupnici (19d tj. $0,19^\circ$) k hodnotě vyšší na hlavní stupnici ($13,75^\circ$) **odečítat** ($13,75-0,19=13,56^\circ$).

Obě metody odečtu musí poskytovat stejnou výslednou hodnotu otáčivosti (dle příkladu $13,56^\circ$).

Stejným způsobem měříme i otáčivost jiných roztoků, případně postupnou změnu otáčivosti reakčních směsí. Pro reakční směsi obvykle stačí korigovat osu polarimetru do nové pozice se stejně tmavými půlkruhy v zorném poli pouhým otáčením aretačního šroubu.

Odstranění systematické chyby polarimetru. Kalibraci provádíme vždy, nejlépe na počátku měření. Ke kalibraci se používá destilovaná voda, která nestáčí polarizované světlo (tj. naměřený úhel otáčivosti pečlivě seřízeným polarimetrem by měl být 0°). Obvykle i pro čistou vodu naměříme ale nenulový úhel otáčivosti (např. $0,21^\circ$). O tuto hodnotu je pak třeba opravit všechny hodnoty úhlů změřených polarimetrem (tj. např. $13,56-0,21=13,35^\circ$). Teprve tuto hodnotu lze považovat za správnou.