

## 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  $1^{\circ}\text{V}$ . 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  $\pm 25$  dílků, pomocná stupnice pro stupně Venckeho  $\pm 10$  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  $360^{\circ}$  úhlových stupňů hledat pozici, kdy jsou oba půlměsíce shodného jasu, zjistíme celkem 4 takové pozice vzájemně posunutě o  $90^{\circ}$  úhlových stupňů. Dvě z nich, které jsou podstatně jasnější nežli zbývající dvě a které jsou vzájemně posunuty o  $180^{\circ}$  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  $\pm 25$  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  $0^\circ$ ). 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.