

Eintauchrefraktometer

Bedienungsanleitung

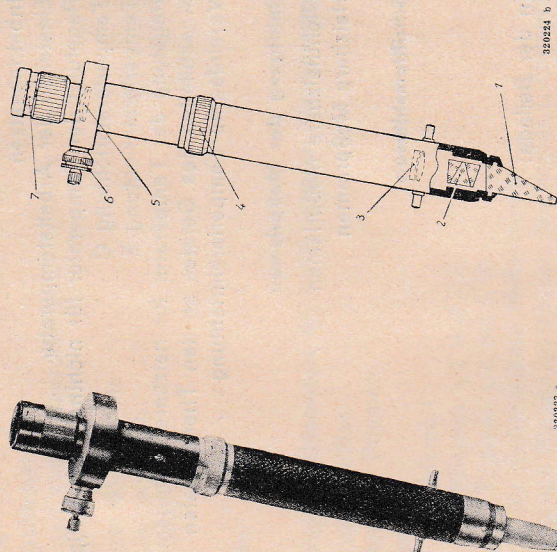
Druckschriften-Nr. **32-G 130 b-1 w**

Ag 10/0131 55-0 75 1155 V/10/1 3482

1. Beschreibung

1.1 Refraktometer

Das Eintauchrefraktometer besteht im wesentlichen aus: Meßprisma (1 Bild 1), Kompensator (2), Objektiv (3), Einstellring (4) für Kompensator, Teilungsplatte (5), Feinstellschraube (6) zum Ablesen der Zehnteilungswerte und Okular (7).



Ansicht Schema
Bild 1. Eintauchrefraktometer

1.2 Ausrüstungs- und Ergänzungsteile

1.21 Meßprismen

Je nach Bedarf wird das Eintauchrefraktometer mit folgenden auswechselbaren Prismen ausgerüstet:

Prisma	Meßbereich in n_D	Prisma	Meßbereich in n_D
I	1,3254 ... 1,3664	L 6	1,5011 ... 1,5322
L 2	1,3642 ... 1,3999	L 7	1,5312 ... 1,5631
L 3	1,3989 ... 1,4360	L 8	1,5621 ... 1,5999
L 4	1,4350 ... 1,4678	L 9	1,5889 ... 1,6205
L 5	1,4668 ... 1,5021	L 10	1,6195 ... 1,6470

1.211 Bezeichnung

Zur äußeren Unterscheidung sind die Prismen im allgemeinen mit dem Buchstaben „L“ und einer arabischen Ziffer (bis zu „10“) bezeichnet. Als einzige Ausnahme trägt das erste nichtheizbare Meßprisma die römische Ziffer „I“, und zwar wurde die Bezeichnung beibehalten, weil die mit diesem Prisma erhaltenen Teilungswerte in einer großen Anzahl von Veröffentlichungen als Meßwerte angegeben sind und die optischen Daten des Prismas I sich praktisch nicht geändert haben. Die zusätzlichen Bezeichnungen, wie a, b, c... oder F 1, F 2..., haben nur organisatorische Bedeutung, für Messungen bleiben sie außer Betracht.

1.212 Meßbereiche

Die Meßbereiche der einzelnen Prismen greifen ineinander über; bei der Wahl des Prismas richtet man sich nach der Brechungszahl der zu messenden Flüssigkeiten. Im allgemeinen wird das Prisma I zur Untersuchung von relativ schwach konzentrierten, meist wässrigen und alkoholischen Lösungen benutzt. Die Prismen L 2 bis L 10 finden Anwendung bei der Untersuchung von Lösungen, deren Konzentration die in der Inhaltsübersicht des Tabellenwerks von B. Wagner angegebenen Grenzwerte (s. Beilage, Abschnitt 8.3) übersteigt, ferner bei ätherischen Lösungen, Tinkturen, Extrakten und Ölen aller Art.

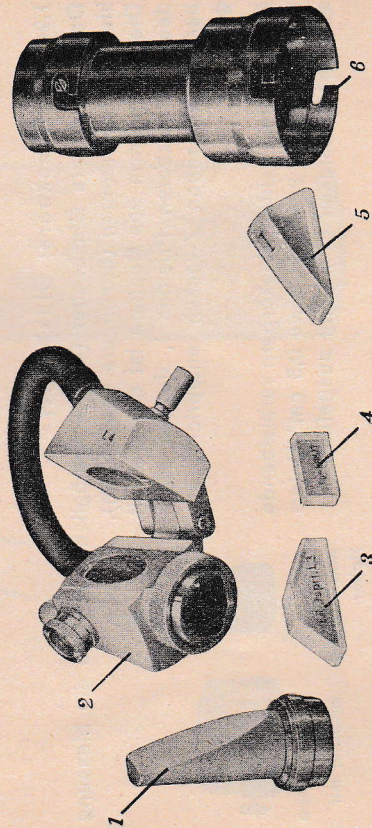


Bild 2. Prismen zum Eintauchrefraktometer

1 nichtheizbares Prisma, 2 heizbares Prisma, 3 Justierprisma, 4 Justierplättchen, 5 Hilfsprisma, 6 Metallbecher

1.213 Ausführungsformen

Die Meßprismen werden als nichtheizbare Prismen (1 Bild 2) zum Eintauchen in die Probenflüssigkeit und als heizbare (2) hergestellt. Letztere bieten den Vorteil unmittelbarer und schneller Temperierung der Probe,

von der man nur wenige Tropfen, als dünne Schicht zwischen den inneren Flächen von Meß- und Beleuchtungsprisma eingeschlossen, benötigt. Außerdem gestattet die dünne Schicht das Messen von dunkelgefärbten Flüssigkeiten.

Mit beiden Arten von Meßprismen sind unter gewissen Voraussetzungen auch Bestimmungen an stärker konzentrierten Lösungen von Säuren, Basen, Salzen usw. möglich. Falls solche Untersuchungen beabsichtigt sind, bitten wir um genaue Angabe der Aufgabenstellung.

1.22 Justierprismen und Justierplättchen

Zur Justierung des Prismas I wird destilliertes Wasser benutzt. Dagegen ist für jedes der anderen Meßprismen ein Justierprisma (3 Bild 2) bzw. ein Justierplättchen (4) erforderlich, deren Anwendung aus den Beschreibungen des Justiervorgangs (Abschnitt 3.3 bzw. 4.3) hervorgeht.

1.23 Hilfsprismen

Wenn kein heizbares Meßprisma (2 Bild 2) zur Verfügung steht, benutzt man zur Messung geringer Problemengen die etwas weniger bequem zu handhabenden Hilfsprismen (5) mit Metallbecher (6) in Verbindung mit den entsprechenden Meßprismen.

1.24 Aufsteckbarer Glasbecher

Der aufsteckbare Glasbecher (Bild 3) ermöglicht ebenfalls die Messung kleiner Problemengen (besonders von Serum).

Die innere Form des Bechers ist der Gestalt des nichtheizbaren Prismas I, dessen Meßbereich klinischen Zwecken entspricht, angepaßt.

Der zwischen beiden Glaskörpern verbleibende schmale Raum wird von etwa $0,5 \text{ cm}^3$ Untersuchungsflüssigkeit genügend ausgefüllt.

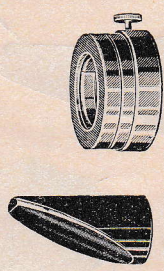


Bild 3
Aufsteckbarer Glasbecher mit Halter

1.25 Temperiereinrichtungen

Um die größte Meßgenauigkeit zu erreichen, ist eine sorgfältige Temperierung der Probe notwendig¹⁾. Die als Temperiereinrichtung bzw. die zur Erzeugung eines Temperierwasserstroms erforderlichen Geräte sind in Abschnitt 5 abgebildet und im Gebrauch beschrieben.

¹⁾ Ein Temperaturunterschied von nur 1° C bewirkt eine Änderung des Lichtbrechungsvermögens von destilliertem Wasser bei $17,5^\circ \text{ C}$ von $\Delta n = 0,00008$, z. B. für Essigsäure von etwa 49 g/100 cm^3 ist $\Delta n = 0,00024$.

1.26 Weiteres Zubehör

Jedem Refraktometer werden die auf S. 8 beschriebene Blendkappe und ein Ringschlüssel zum Befestigen der nichtheizbaren Prismen beigegeben. Auf besondere Bestellung liefern wir für die Justierung der Prismen L 2 bis L 10 die in Abschnitt 3.33 näher beschriebene Natrium-Spektralleuchte mit. Zum Arbeiten mit Meßprisma I ist jede normale Tischleuchte mit mattierter Glühlampe brauchbar.

2. Meßmethode

Die Messung mit dem Eintauchrefraktometer beruht auf dem Beobachten der Grenzlinie des streifenden Lichteintrittes an einer von -5 bis 105 reichenden Skale im Sehfeld des Okulars.

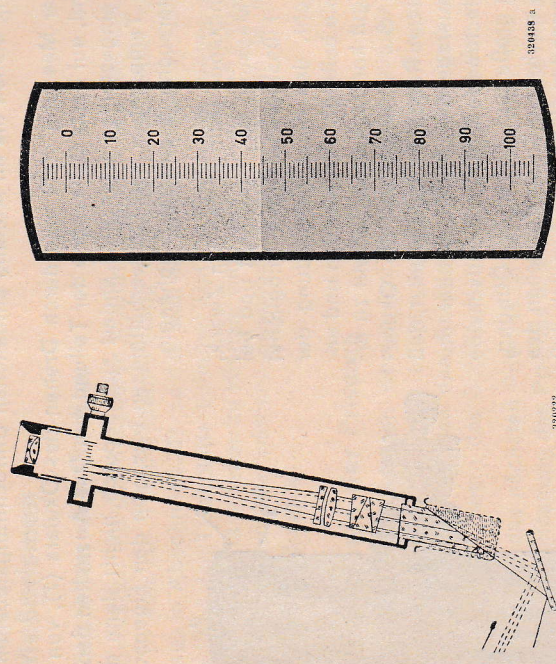


Bild 4. Schematischer Schnitt durch das Eintauchrefraktometer, das mit seinem Prisma in die Probenflüssigkeit eintaucht. Der Pfeil zeigt die Beleuchtungsrichtung an

Bild 5. Sehfeld des Eintauchrefraktometers. Zwischen den Teilungswerten 44 und 45 erscheint die Grenzlinie des streifenden Lichteintrittes

Im allgemeinen taucht man das Prisma unmittelbar in die Probenflüssigkeit und beleuchtet die Meßfläche, wie es Bild 4 zeigt. Im Okular sieht man dann zwei verschieden helle Felder (Bild 5), die beim Arbeiten mit Tages- oder Lampenlicht zumeist durch einen mehr oder weniger breiten, farbigen

Saum getrennt sind. Durch Drehen am Einstellring (4 Bild 1) des Kompen-sators wird der Saum beseitigt, so daß eine farblose Trennungslinie, die Grenzlinie des streifenden Lichteintrittes, erscheint¹⁾.

Die Lage der Grenzlinie innerhalb der Okularteilung wird abgelesen. Steht bei Einstellung der Feinstellschraube (6) auf Teilstrich 0 (bis zum Anschlag) die Grenzlinie z. B. zwischen den Teilungswerten 44 und 45, so merkt man sich zunächst den kleineren, also 44, und bringt mit Hilfe der Feinstellschraube den Teilstrich 44 mit der Grenzlinie zur Deckung. Der Index der Feinstellschraube zeigt dann die hinzuzurechnenden Zehnteilungswerte an.

Die abgelesenen Teilungswerte stellen bei praktischen Arbeiten oft das gesuchte Meßergebnis selbst dar. Zur Umwertung derselben in Brechungs-zahlen n_D dienen die im Anhang enthaltenen Umrechnungstabellen.

Vor jeder Messung stellt man durch Drehen des Okulars (7), von außen kommend, auf beste Bildschärfe der Teilung ein. Das Aussehen der vorher farblos eingestellten Grenzlinie ändert sich dadurch nicht; denn dies ist nur von Temperatur- und Lichtverhältnissen bzw. von den Eigenschaften der Untersuchungssubstanz abhängig.

Die Blendkappe (Bild 6) hat den Zweck, bei der Messung das Streulicht und bei kleinen Flüssigkeitsmengen möglichst alles Licht, das nicht zur Bildung der Grenzlinie beiträgt, abzublenden und so mit ein gut kontrastiertes Sehfeld zu erzeugen. Sie wird so auf die Okular-muschel des Refraktometers gesetzt, daß ihr herausragender Rand (2) über der Feinstellschraube liegt. Die Blend-scheibe hat eine große und eine kleine Öffnung, die man wahlweise durch Verstellen des herausragenden Randes so benutzt, daß der Kontrast an der Grenzlinie möglichst groß ist. Die Brechungszahl von Flüssigkeiten und damit die Lage der Grenzlinie ändert sich mit der Temperatur. Genaue Messungen müssen deshalb stets bei

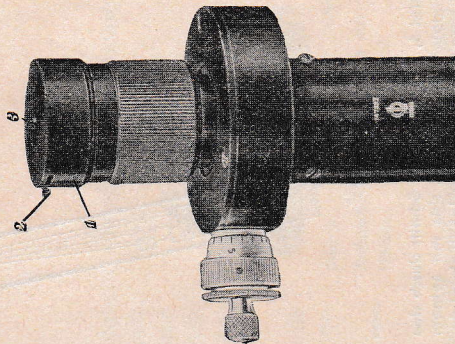


Bild 6
Blendkappe, aufgesetzt
1 Kappe, 2 Rand der Blendscheibe,
3 Öffnung der Kappe

¹⁾ Bei besonders hohen Dispersionswerten der zu untersuchenden Substanzen, z. B. bei der Fettbestimmung mit Bromnaphthalin nach Leithe, kann die Grenzlinie mit Hilfe des Kompen-sators häufig nicht farblos eingestellt werden. In solchen Fällen benutzt man als Lichtquelle die in Bild 10 dargestellte Natrium-Spektralleuchte.

gleichbleibender Temperatur vorgenommen werden. Hierzu dienen die in Abschnitt 5 beschriebenen Temperiereinrichtungen.

Die Arbeitsweise bei Konzentrationsbestimmungen mit dem Prisma I wird wesentlich erleichtert, wenn man das Tabellenwerk von B. Wagner benutzt. Das Werk, das von uns bezogen werden kann (Übersicht in der Beilage, Abschnitt 8.3), enthält für eine große Reihe von Substanzen Tabellen, aus denen man zu den mit Prisma I im Okular abgelesenen Teilungswerten sowohl für 17,5° C (unmittelbar) als auch für Temperaturen bis zu + 10° bzw. + 30° C (mit Hilfe von Umrechnungstabellen) die Konzentration der Lösung entnimmt.

3. Gebrauch des Refraktometers mit nichtheizbaren Meßprismen

3.1 Aufstellen des Gerätes

Zum Gebrauch mit nichtheizbaren Meßprismen wird das Eintauchrefraktometer in den zur Temperiereinrichtung C gehörenden Halter eingesetzt (Näheres in Abschnitt 5.31), so daß sich das Okular in einer Höhe von etwa 60 cm über der Tischplatte befindet. Um bei Serienmessungen auch vor dem Gerät sitzend arbeiten zu können, wird man daher einen entsprechend niedrigen Aufstellplatz wählen. Zweckmäßig legt man ihn in der Nähe einer Wasserleitung an.

3.2 Auswechseln der Prismen

Die nichtheizbaren Prismen werden am Refraktometer mit einer Überwurfmutter befestigt, die man mittels des beigegebenen Ringschlüssels abschraubt. Dabei hält man das Gerät mit dem Prisma nach oben und läßt die Nase im Innern des Schlüssels in die Nut der Mutter eingreifen.

Beim Einsetzen des nächsten Prismas ist darauf zu achten, daß der kurze Zapfen der Metallfassung des Prismas in die dafür bestimmte Nut im Innern des Refraktometergehäuses kommt und die beiden Metallflächen, die aufeinandergedrückt werden sollen, staubfrei sind. Nachdem man die Überwurfmutter mit der Hand aufgeschraubt hat, zieht man sie mit dem Schlüssel fest.

3.3 Justiervorgang

Das Eintauchrefraktometer ist vor der ersten Benutzung und nach jedem Auswechseln der Meßprismen zu justieren. Die Justierung geschieht für die einzelnen Prismen auf folgende Weise:

3.31 Justierung mit Prisma I

Destilliertes Wasser, mit dem ein Becherglas der Temperatureinrichtung C (Abschnitt 5.21) gefüllt wird und in das man das Prisma eintaucht, muß im richtig justierten Refraktometer folgende Ablesungen ergeben:

Temperatur °C ...	10	11	12	13	14	15	16	17	17,5	18	19
Teilungswerte ...	16,3	16,15	16,0	15,85	15,7	15,5	15,3	15,1	15,0	14,9	14,7
Temperatur °C ...	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Teilungswerte ...	14,5	14,25	14,0	13,75	13,5	13,25	13,0	12,7	12,4	12,1	11,8

Bei Benutzung des Nomogramms nach Gerum-Wissner für Bieruntersuchungen muß die Justierung des Eintauchrefraktometers, abweichend von der vorstehenden Tabelle, so vorgenommen werden, daß man bei 20° C den Teilungswert 15,0 abliest.

Weicht bei gleichbleibender Temperatur das Mittel mehrerer sorgfältiger Ablesungen von der in der Tabelle angegebenen Justierzahl um mehr als 0,1 Teilungswert ab, so muß das Refraktometer folgenderweise justiert werden:

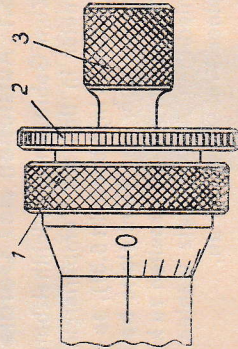


Bild 7
Feinstellschraube des Eintauchrefraktometers
1 Teiltrommel, 2 Stellscheibe, 3 Klemmschraube

Feinstellschraube (Bild 7) auf Teilstrich 0 (bis zum Anschlag) drehen und durch Linksdrehen der Klemmschraube (3) die Verbindung von Teiltrommel (1) und Stellschraube (2) lösen.

Während der Beobachtung im Okular vollen Wert der Justierzahl (z. B. 14) mit Stellscheibe genau auf die Grenzlinie bringen, Stellscheibe in dieser Lage mit der rechten Hand festhalten und Trommel allein so drehen, daß der Index die erste Dezimale der Justierzahl (z. B. 5) anzeigt.

Mit der linken Hand beide Teile (1, 2) festhalten und mit der rechten Hand Klemmschraube wieder fest anziehen, ohne daß sich die Stellung der Teiltrommel zur Stellscheibe ändert!

Neue Justierung durch wiederholte Ablesungen der Teilungswerte im Okular und an der Trommel prüfen.

3.32 Justierung mit Prismen L2 und L3

Zur Justierung des Refraktometers mit den beiden Prismen L2 und L3 wird je ein Justierprisma (3 Bild 2) benutzt, während zur Justierung mit den Prismen L4 bis L10 (s. Abschnitt 3.33) je ein Justierplättchen (4) bestimmt ist.

Als Lichtquelle zur Justierung ist das monochromatische Licht der Natrium-Spektrallichte (Bild 10) für alle diese Prismen am besten geeignet. Zu den Prismen L2 bis L4 und L6 bis L8 kann zwar auch eine normale, mattierte Glühlampe benutzt werden, jedoch ist zur Justierung der Prismen L5, L9 und L10 Natriumlicht unerlässlich.

Refraktometer in einem geeigneten Stativ (am besten in dem in Bild 15 dargestellten) so einspannen, daß die Meßfläche des Prismas nach oben gerichtet ist und annähernd waagrecht liegt (vgl. Bild 8).

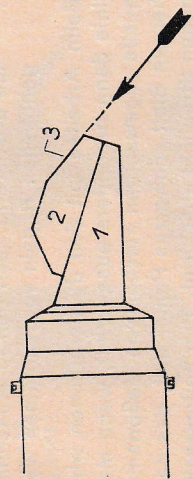


Bild 8
Aufstellung des Refraktometers zur Justierung für Meßprismen L2 und L3
1 Meßprisma, 2 Justierprisma, 3 polierte Fläche
Der Pfeil gibt die Beleuchtungsrichtung an

Meßfläche des Prismas (1) und Grundfläche des Justierprismas (2) mit einem weichen, sauberen Tuch und einem Haarpinsel sorgfältig reinigen und von Staubfasern befreien.

Mit einem dünnen, gut abgerundeten Glasstab auf die große, polierte Grundfläche des Justierprismas einen kleinen Tropfen Monobromnaphthalin geben, der nach dem Aufbringen im Durchmesser etwa 1 mm groß sein soll.

Justierprisma mit seiner Grundfläche längsachsenrichtig auf die Mitte der Meßprismenfläche legen.

Lichtquelle so aufstellen, daß sie genau in der Verlängerung der schrägen, polierten Fläche (3) des Justierprismas steht und das Licht streifend in diese Fläche eintritt.

Beim Andrücken des Justierprismas zeigt sich die richtige Menge Monobromnaphthalin dadurch, daß sich die Flüssigkeit auf der ganzen Grundfläche des Justierprismas gleichmäßig verteilt.

Hat man das Justierprisma richtig aufgelegt, so sieht man beim Blick auf seine obere, matte Fläche die in der Flüssigkeitsschicht entstehenden Interferenzstreifen, die **parallel zur Längsseite** des Prismas verlaufen. Durch Druck auf das Justierprisma ist dies auch

leicht zu erreichen. Im Sehfeld des Okulars ist jetzt ungefähr bei dem auf dem Justierprisma gravierten Teilungswert die Grenzlinie zu erkennen, die, wenn man als Lichtquelle eine Glühlampe benutzt, farblos erscheint. Durch Drehen am Rändelring des Kompensators wird sie farblos. Die Grenzlinie ist zuweilen von Nebenlinien nicht deutlich zu unterscheiden. Wird aber während des Beobachtens das ganze Gerät um geringe Beträge geneigt, so bewegen sich nur die Fremmlinien, die Grenzlinie bleibt stehen.

Findet man bei wiederholter Einstellung mit der Feinstellschraube einen anderen als den im Justierprisma gravierten Wert, so muß die Justierung nach den in Abschnitt 3.31 durch Fettdruck hervorgerufenen Regeln vorgenommen werden.

Beim Arbeiten mit den Justierprismen wird der Kontrast an der Grenzlinie dann besonders ausgeprägt, wenn man vor die vorderen, der Lichtquelle zugewandten Flächen von Meßprisma und Justierprisma von unten her ein Blatt schwarzes Papier hält, das das Fernrohr des Refraktometers gegen Streulicht abschirmt, aber andererseits den Lichteinfall in die Fläche (3) nicht behindert.

3.33 Justierung mit Prismen L 4 bis L 10

Der Justiervorgang ist grundsätzlich der gleiche, wie im vorhergehenden Abschnitt beschrieben; es sind lediglich anstelle der Justierprismen die jedem Meßprisma L 4 bis L 10 entsprechenden Justierplättchen zu setzen (Bild 9).

Das Justierplättchen (2) ist so auf die Meßfläche des Prismas (1) zu legen, daß das Licht durch die kleine, polierte Fläche (3) streifend einfallen kann.

Die Justierflüssigkeit (Monobromnaphthalin) darf keinesfalls an der mit einem schrägen Pfeil gekennzeichneten Stelle heraustreten, da sonst eine falsche Lage der Grenzlinie entsteht.

Der Sollwert, den die Okularteilung und die Feinstellschraube anzeigen müssen, ist für den auf dem Justierplättchen gravierten n_D -Wert zunächst der zugehörigen Umrechnungstabelle (s. Beilage, Abschnitt 8.11) zu entnehmen.

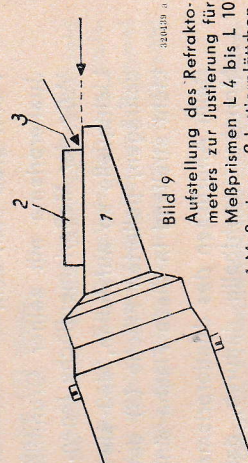


Bild 9
Aufstellung des Refraktometers zur Justierung für Meßprismen L 4 bis L 10
1 Meßprisma, 2 Justierplättchen, 3 polierte Fläche
Der waagerechte Pfeil gibt die Beleuchtungsrichtung an

Abweichungen von dem so ermittelten Teilungswert sind nach den Justierregeln in Abschnitt 3.31 zu berichtigen.

Beim Justieren mit Justierplättchen wird mit dem monochromatischen Licht der Natrium-Spektralreihe (Bild 10) gearbeitet. Sie ist mit einem Brenner ausgerüstet, der in einfacher Weise über eine Drossel an das Lichtnetz angeschlossen wird und auch während des Betriebs keiner Wartung bedarf. Die Spektralreihe erreicht bereits wenige Minuten nach dem Einschalten ihre volle Lichtstärke.

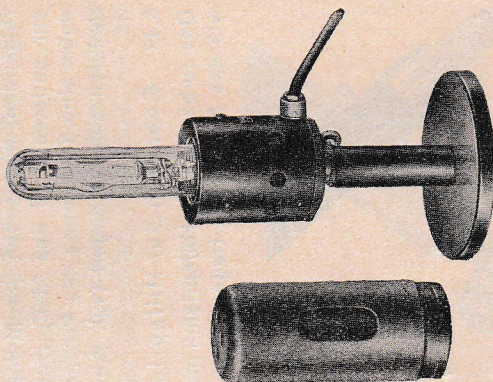


Bild 10: Natrium-Spektralreihe

3.4 Arbeitsweise für nichtheizbare Meßprismen

3.41 Untersuchung von Proben im offenen Becherglas („Eintauch“-Verfahren)

Reihenuntersuchungen an Proben, die jeweils in Mengen von etwa 10 cm^3 zur Verfügung stehen, werden im offenen Becherglas mit Hilfe der Temperiereinrichtung C (Bild 17) durchgeführt.

Die Lichtquelle, normalerweise eine gut abgeschirmte, mattierte Glühlampe, wird so aufgestellt oder -gehängt, daß das Licht schräg von oben auf den am Halter (8) angebrachten Spiegel fällt. Zur Vermeidung von Nebenbildern ist die spiegelnde Fläche mattiert.

Nachdem das Refraktometerprisma in die zu untersuchende Lösung eingetaucht ist, sucht man die Grenzlinie auf und stellt sie mit dem Rändelring des Kompensators farblos ein. Durch Drehen an Rändelschraube (7) wird der Spiegel auf möglichst guten Kontrast zwischen dem hellen und dem dunklen Teil des Sehfeldes eingestellt.

Die Messung darf erst nach beendetem Temperaturnausgleich von Prisma, Lösung und Temperierbad vorgenommen werden, also nachdem die Grenzlinie nicht mehr wandert. Zu Beginn einer Meßreihe beträgt die Wartezeit einige Minuten.

Ist eine der in die zwölf Bechergläser eingefüllten Proben gemessen, so setzt man an ihre Stelle die Probe der nächsten Meßreihe, die dann (wie alle folgenden) inzwischen durchtemperiert. Beim Übergang von einer Probe zur anderen muß das Meßprisma gut gereinigt werden. Man vermeide dabei eine Erwärmung des Prismas; der Zeitbedarf für eine Messung wird dadurch sehr verringert (vgl. Abschnitt 6).

3.42 Gebrauch der Hilfsprismen

Das zu benutzende Hilfsprisma muß die gleiche Bezeichnung (1, L 2, L 3...) wie das Meßprisma tragen.

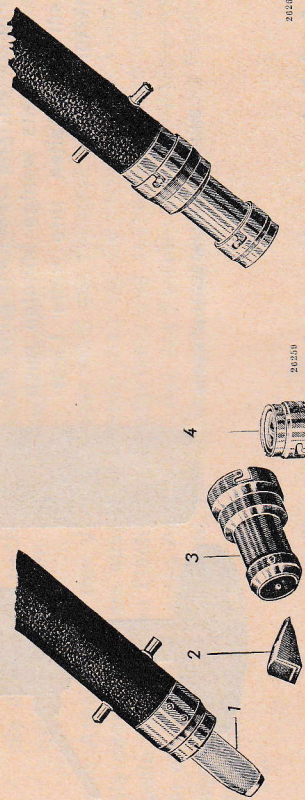


Bild 11. Refraktometer mit Hilfsprisma
1 Meßprisma, 2 Hilfsprisma, 3 Metallbecher,
4 Deckel des Metallbechers

Der Metallbecher (3 Bild 11) wird über das Meßprisma (1) geschoben und auf das verchromte Fassungsstück des Refraktometers aufgesteckt. Man gibt dann die zu messenden Tropfen mitten auf die waagrecht gehaltene, unterarbeitete Fläche des Hilfsprismas (2) und schiebt dieses in den Becher ein, bis das Hilfsprisma an der Meßprismenfläche und an der Innenwand des Bechers anliegt. Dann wird der Deckel (4) des Bechers aufgesteckt (Bild 12). Mit einem Blick durch den Glasboden überzeugt man sich, ob die Tropfen, die zu einer dünnen Schicht zusammengedrückt worden sind, die rechteckige Fläche des Hilfsprismas ausfüllen.

Zur Temperierung wird das Refraktometer mit dem Metallbecher in den Trog C (vgl. Abschnitt 5.31) eingetaucht und dabei die Temperatur des Bades am Thermometer abgelesen. Die Messung ist vorzunehmen, sobald die Grenzlinie ihre feste Lage erreicht hat.

Nach der Messung hält man das Gerät mit nach oben gerichtetem Metallbecher senkrecht und nimmt den Deckel vom Becher ab. Dann wird das Hilfsprisma vorsichtig herausgehoben. Für die unmittelbar anschließende Reinigung der Geräte beachte man Abschnitt 6.1.

3.43 Gebrauch des aufsteckbaren Glasbechers

Bei Benutzung des Glasbechers (Bild 13), z. B. zur Messung kleiner Serumproben, geht man in folgender Weise vor:

Der Haltering (3) wird über das Meßprisma (1) bis zum Anschlag auf das untere Fassungsstück des Refraktometers geschoben und dort mit der Schraube (4) festgeklemmt.

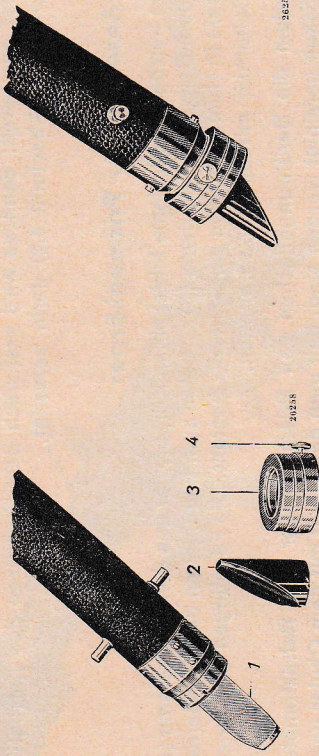


Bild 13. Refraktometer mit aufsteckbarem
Glasbecher
1 Meßprisma, 2 Glasbecher, 3 Halte-
ring mit 4 Klemmschraube

Bild 14. Refraktometer mit aufgestecktem
Glasbecher

Dann füllt man in den Glasbecher (2) etwa 0,5 cm³ Serum und schiebt ihn auf das gut gesäuberte Meßprisma bis zum Anschlag auf, wo er durch die Federkraft des Ringes festgehalten wird (Bild 14). Beim Aufschieben des Bechers muß das Refraktometer mit dem Meßprisma nach unten gehalten und der Becher leicht gedreht werden, damit die im Haltering angebrachte Feder sich öffnet.

Das untere Ende des Refraktometers mit dem aufgesteckten Glasbecher wird nun einige Minuten in das Temperierbad getaucht (vgl. Abschnitt 5.31). Die Temperatur des Bades liest man am Thermometer ab. Ist die Grenzlinie auch nach längerer Temperierung nicht genügend deutlich sichtbar, so ist es notwendig, die auf S. 8 beschriebene Blendkappe zu benutzen.

Nach der Messung müssen das Meßprisma und der Glasbecher sorgfältig gereinigt werden (Abschnitt 6.1).

4. Gebrauch des Refraktometers mit heizbaren Meßprismen

4.1 Aufstellen des Gerätes

Als Arbeitsplatz eignet sich jeder Tisch normaler Höhe, der zum Anschließen der Temperatureinrichtung (Abschnitt 5.4) nahe an der Wasserleitung stehen soll. Das Stativ mit kippbarem Oberteil (11, 12 Bild 15), das auch beim Justieren mit Justierprismen und -plättchen (Abschnitt 3.3 und 4.3) als Halterung dient, stellt man zur Aufnahme des Refraktometers zunächst nur bereit; denn es wird erst nach dem Ansetzen des heizbaren Meßprismas (Abschnitt 4.2) darin befestigt.

4.2 Ansetzen der Prismenkörper

Jedes heizbare Meßprisma bildet einen Körper, der aus dem Meßprisma (4) und dem Beleuchtungsprisma (8) — beide zum Durchleiten des Temperierwassers in Hohlfassungen eingekittet — besteht. Die Fassungen sind durch ein Scharnier miteinander verbunden.

Nachdem die Berührungsflächen von Prismenkörper und Refraktometer von Staub gereinigt worden sind, hält man das Gerät mit dem Okular nach unten und setzt den Körper so auf, daß der daran befindliche kurze Zapfen in die entsprechende Nut im Refraktometer eingreift. Durch Anziehen des Gewinderings (2) wird dann der Prismenkörper festgeschraubt. Jetzt legt man das Refraktometer in das Stativoberteil ein und befestigt es an seinem Schwerpunkt durch leichtes Anziehen der zwei Rändelschrauben (1). Darauf schraubt man die Überwurfmutter (5) ab und befestigt damit das an gleicher Stelle einzusetzende Thermometer (6), das zum heizbaren Meßprisma gehört. Bei gleichzeitiger Lieferung von mehreren heizbaren Meßprismen wird nur ein solches Thermometer beigegeben.

4.3 Justiervorgang

Die Justierung erfolgt in gleicher Weise wie bei den nichtheizbaren Meßprismen, d. h. mit destilliertem Wasser für das heizbare Meßprisma L 1 und mit Justierprismen oder Justierplättchen für die Prismen L 2 und L 3 bzw. L 4 bis L 10.

Als Lichtquelle zum Justieren dient eine normale Tischleuchte mit matter Glühlampe bzw. Natriumlicht. Die Justierung ist ebenso wie bei den nichtheizbaren Prismen für jedes einzelne heizbare Prismavorzunehmen. Vorher werden die Prismenflächen und Metallfassungen mit weicher Leinwand und etwas Alkohol oder Äther sorgfältig gereinigt und getrocknet.

Da die Meßflächen der heizbaren Prismen nach oben und die der nichtheizbaren nach unten gerichtet sind, ist auch die Lage der Grenzlinie im Sehfeld umgekehrt: Die Grenzlinie liegt z. B. für destilliertes Wasser von 20° C bei Teilungswert 85,5 oder, allgemeiner ausgedrückt, bei dem Wert, den man erhält, wenn man den mit nichtheizbaren Prismen gemessenen Wert von 100 abzieht (vgl. auch die Justiertabellen auf S. 10 und 18).

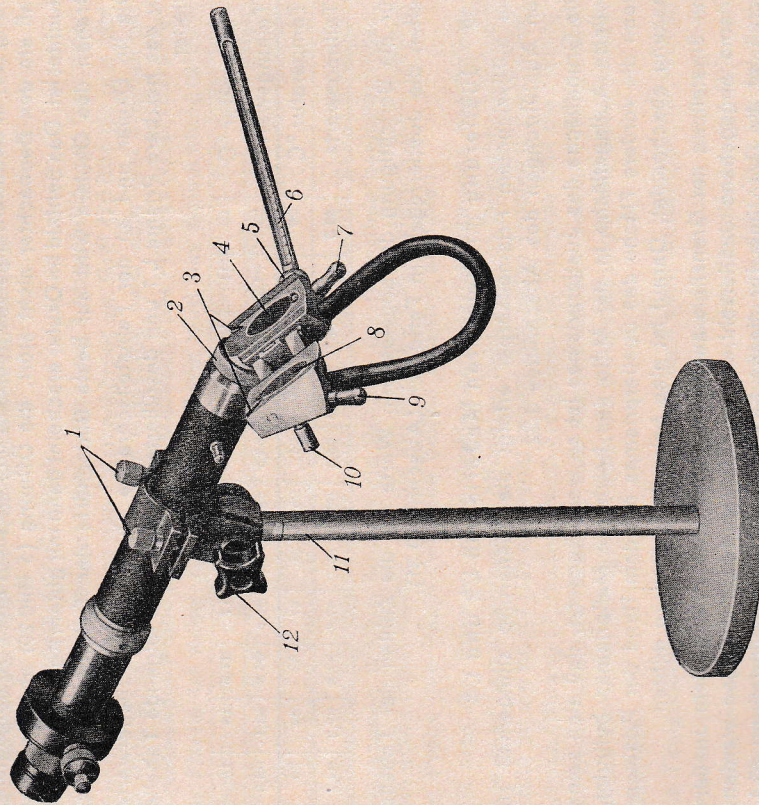


Bild 15. Refraktometer mit heizbarem Meßprisma, auf Stativ
1 Befestigungsschrauben, 2 Gewinding, 3 Einfüllöffnung, 4 Meßprisma, 5 Überwurfmutter, 6 Thermometer, 7 Abfluß, 8 Beleuchtungsprisma, 9 Zufluß des Temperierwassers, 10 Griff zum Öffnen und Schließen des Prismenkörpers, 11 Stativ, 12 Klemmung des Kippgelenks

4.31 Justierung mit heizbarem Meßprisma L 1

Nach den Anleitungen des Abschnittes 5.4 stellt man zuerst die Schlauchverbindungen zwischen Prismenkörper und Temperatureinrichtung, vorzugs-

Bei der Justierung muß sich nach Umrechnung der abgelesenen Teilungswerte in Brechungszahlen n_D anhand der Umrechnungstabellen für heizbare Meßprismen (s. Beilage, Abschnitt 8.12) der auf dem Justierplättchen gravierte n_D -Wert ergeben. Andernfalls wird der Sollwert aus der Umrechnungstabelle ermittelt und entsprechend den Regeln des Abschnittes 3.31 justiert.

4.4 Arbeitsweise für heizbare Meßprismen

4.41 Aufbringen der Proben

Nach dem Anschließen einer der in Abschnitt 5.4 beschriebenen Temperiereinrichtungen öffnet man den Prismenkörper am Griff (70 Bild 15) und gibt mit Hilfe eines gut abgerundeten Glasstabs zwei oder drei Tropfen der zu messenden Probe auf die blanke Meßfläche des Prismas (4); ein Berühren der Fläche ist dabei zu vermeiden. Dann wird das Beleuchtungsprisma langsam wieder zugeklappt und das Refraktometer so zum Licht ausgerichtet, daß die Öffnung (5 Bild 20) voll ausgeleuchtet ist. Das Sehfeld im Okular erscheint dann mit gutem Kontrast; durch Drehen des Okulars wird auf beste Bildschärfe der Teilung eingestellt.

Luftbläschen innerhalb der zwischen Meß- und Beleuchtungsprisma eingeschlossenen Schicht können die Schärfe der Grenzlinie beeinträchtigen. Man achte daher darauf, daß die auf die Meßfläche aufgetragenen Tropfen der Probe den Raum zwischen beiden Prismen ausfüllen.

Will man die Prismen mit einer kleinen Flüssigkeitsmenge beschicken, ohne das Prismengehäuse zu öffnen, so hebt man das Beleuchtungsprisma (8 Bild 15) am Knopf (10) ein wenig an und läßt einige Tropfen in die trichterförmige Öffnung (3) fließen. Nach Freigeben des Knopfes füllt die Flüssigkeit durch kapillare Wirkung den Raum zwischen beiden Prismen aus. Dieses Verfahren ermöglicht selbst die Untersuchung leicht verdunstender Lösungen.

Die Temperierung der Prismen braucht man beim Aufbringen der Proben nicht zu unterbrechen; doch darf die Messung erst dann vorgenommen werden, wenn die Temperaturänderung an der Oberfläche der Prismen wieder ausgeglichen und die Probe durchtemperiert ist. Das ist der Fall, wenn die Grenzlinie innerhalb der Teilung eine feste Lage eingenommen hat.

4.42 Vergleich der Meßergebnisse bei nichtheizbaren und heizbaren Meßprismen

In vielen Veröffentlichungen, z. B. in Wagners Tabellen zum Eintauchrefraktometer, sind die Meßwerte nicht als Brechungszahlen n_D , sondern einfach in den Werten angegeben, die man bei Gebrauch der nichtheizbaren Meßprismen an der Teilung im Okular und an der Feinstellschraube

weise dem Thermostaten (Bild 16), her und setzt die Einrichtung ordnungsgemäß in Betrieb. Am Thermometer (6 Bild 15) läßt sich die Temperatur des umlaufenden Wassers auf 0,1° C sicher ablesen.

Nun gibt man mit Hilfe eines gut abgerundeten Glasstabs zwei bis drei Tropfen destilliertes Wasser auf die waagrecht liegende Meßfläche des Prismas (4), ohne es zu berühren, und schließt den Prismenkörper langsam, an Griff (10) anfassend. Darauf wird das Refraktometer bei gelöster Klemmung (12) in Beobachtungslage gebracht und die Lichtquelle so aufgestellt, daß sie den Beobachter nicht stört, die Öffnung (5 Bild 20) aber voll beleuchtet ist. Das Sehfeld im Okular erscheint dann mit gutem Kontrast; durch Drehen des Okulars wird auf beste Bildschärfe der Teilung eingestellt.

Die im Okular und an der Feinstellschraube abzulesenden Justierwerte für das heizbare Prisma L 1 und destilliertes Wasser gibt folgende Tabelle wieder.

Temperatur °C	10	11	12	13	14	15	16	17	17,5	18	19
Teilungswerte	83,7	83,85	84,0	84,15	84,3	84,5	84,7	84,9	85,0	85,1	85,3
Temperatur °C	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Teilungswerte	85,5	85,75	86,0	86,25	86,5	86,75	87,0	87,3	87,6	87,9	88,2

Für die Berichtigung der abgelesenen Werte auf die Zahlen der Tabelle gelten die Justierregeln in Fettdruck (Abschnitt 3.31).

4.32 Justierung mit heizbaren Meßprismen L 2 und L 3

Bei aufgeklapptem Prismenkörper erfolgt die Justierung sinngemäß zu den Ausführungen des Abschnittes 3.32.

Die Grundfläche des Justierprismas ist so weit abgesetzt, daß sich seine polierte Auflagefläche in der Mitte des heizbaren Meßprismas befindet, wenn die vordere Fläche des Justierprismas mit dem Rand der Prismenfassung abschneidet. Darauf ist also beim Aufsetzen zu achten.

Zur Einstellung der Grenzlinie auf den Sollwert muß die auf dem Justierprisma angegebene Justierzahl, z. B. 14,9, von 100 abgezogen werden. Erscheint die Grenzlinie für diesen Fall nicht bei der Okularteilung 85,1, so ist das Gerät nach den Regeln in Abschnitt 3.31 zu justieren.

4.33 Justierung mit heizbaren Meßprismen L 4 bis L 10

Das zum Meßprisma gehörende Justierplättchen wird nach den Angaben des Abschnittes 3.33 mit seiner großen polierten Grundfläche symmetrisch auf die Meßfläche gesetzt; das Licht der Natrium-Spektralleuchte tritt in die kleine polierte Fläche streifend ein (vgl. Bild 9; an der mit dem schrägen Pfeil bezeichneten Stelle darf kein Monobromnaphthalin austreten!).

abliest. Will man diese Werte mit denen vergleichen, die man beim Arbeiten mit heizbaren Meßprismen erhält, so sind sie zunächst von 100 abzuziehen, dann erst bekommt man den für die Konzentrationsermittlung gültigen Wert.

Wurde beispielsweise mit dem heizbaren Meßprisma L 1 bei gleicher Temperatur einer NaCl-Lösung ein Refraktometerwert von 72,5 gefunden und soll anhand der Wagnerschen Tabellen die Konzentration dieser Lösung bestimmt werden, so ist mit dem Wert $100 - 72,5 = 27,5$ in die entsprechende Tabelle einzugehen, der man das Ergebnis $= 2,79\%$ NaCl entnimmt.

5. Gebrauch der Temperiereinrichtungen

5.1 Vorbemerkung

Die Ausnutzung der hohen Meßgenauigkeit des Eintauchrefraktometers setzt bekanntlich ein sorgfältiges Temperieren der Probe voraus. Für technische Bestimmungen oder allgemein für jene Untersuchungen, bei denen man nicht mit den engsten Fehlergrenzen des Refraktometers rechnet, hat sich die Temperiereinrichtung C (Abschnitt 5.31) seit Jahrzehnten bewährt. Für wissenschaftliche Forschungsaufgaben, die refraktometrisch gelöst werden sollen, muß jedoch die Temperatur während der Meßreihe auf $\leq 0,1^\circ\text{C}$ eingehalten werden, so daß hierfür in erster Linie der Universal-Thermostat nach Wobser (Abschnitt 5.2) sowohl beim Arbeiten mit nichtheizbaren Meßprismen (als Bestandteil der Temperiereinrichtung E, Abschnitt 5.32) als auch zum direkten Anschluß an die heizbaren (Abschnitt 5.41) in Frage kommt.

Der Universal-Thermostat nimmt somit als Temperiergerät eine besondere Stellung ein; seine Beschreibung wird deshalb denen der übrigen Einrichtungen vorangestellt.

5.2 Universal-Thermostat nach Wobser

5.21 Prinzip

Die von einer Motorpumpe in Umlauf gebrachte Thermostatenflüssigkeit (destilliertes Wasser) wird von einem elektrischen Heizkörper erwärmt, den ein einstellbares Kontaktthermometer, verbunden mit einem empfindlichen Relais, steuert. Dadurch entsteht automatisch ein auf etwa $\pm 0,02^\circ\text{C}$ konstant temperierter Wasserstrom.

5.22 Temperaturbereiche

Der Universal-Thermostat ist zwar an sich für allgemeine Laboratoriumszwecke zum Arbeiten in dem sehr großen Temperaturbereich von -38°C bis zu $+160^\circ\text{C}$ vorgesehen; im normalen Anwendungsbereich der Refraktometer kommen aber meist nur Temperaturen zwischen $+10^\circ$ und $+50^\circ\text{C}$ in Betracht.

5.23 Aufstellen des Thermostaten

Nach Entfernen des Verpackungsmaterials und Herausnehmen des Heizkörpers (1) ist der Thermostat bis etwa zur Mitte zwischen den beiden roten Ringmarken am Wasserstandsglas (12) mit destilliertem Wasser zu füllen (Bedarf etwa 2,5 l). Der

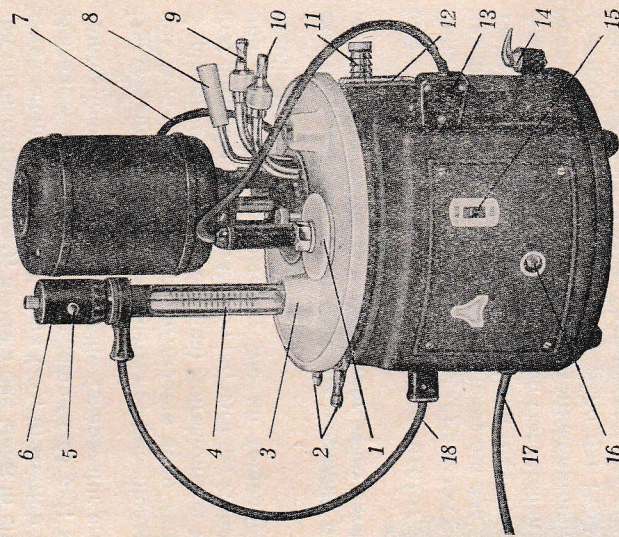


Bild 16. Universal-Thermostat nach Wobser, Typ U 3

1) Ist der Quicksilberfaden gerissen, so wird die Einstelltrommel (6) in der Weise auf das Thermometer gesetzt, daß der obere, kurze Zapfen der Bakelitfassung in die als Führung dienende Vertiefung im Innern der Trommel eingreift. Man dreht nun die Trommel, bis das an der Spindel leicht bewegliche Metallsstück ganz oben steht, etwa 1 cm vor dem Rand der Bakelitfassung. Das untere Ende des am Metallstück befestigten Kontaktadresses befindet sich dann in der Erweiterung der Kapillare. Bei vorsichtigem Erwärmen des Quicksilbergefäßes im Sandbad wird der trommende Gaseinschluß abgeschieden, so daß sich der Quicksilberfaden in der genannten Erweiterung wieder vereinigt.

wird der Heizkörper wieder eingesetzt und durch Einführen des dreipoligen Steckers (13) mit dem Relais verbunden. Zum Anschluß des Motors steckt man den dreipoligen Stecker der Zuleitung (7) in die entsprechende Steckdose an der Rückwand des Thermostaten. Nachdem mit den durch Überwurfmutter lösbar befestigten Stützen (9, 10) die Schlauchverbindungen mit dem anzuschließenden Gerät hergestellt sind (Näheres s. Abschnitte 5.32 und 5.41) und der Schutzkontaktstecker der Anschlußleitung (17) in eine Wandsteckdose des Netzes (Wechselstrom 220 V) eingesetzt wurde, ist der Universal-Thermostat betriebsbereit.

5.24 Inbetriebsetzen

Der zur Pumpeinrichtung gewählte Motorentyp ist ein Kurzschlußläufer mit Fliehkraftschalter¹⁾, bei dem das Gerät in einfachster Weise, nur durch Einschalten des Kippschalters (15), in Betrieb gesetzt wird. Während der Heizdauer leuchtet die Signallampe (16) auf; sie erlischt, sobald die am Kontaktthermometer eingestellte Temperatur erreicht ist.

Der Regelhahn (8) ist normalerweise geschlossen (Stellung „Zu“), so daß das Anheizen des Temperierwassers auch dann erfolgen kann, wenn die Schlauchverbindungen mit dem Refraktometer noch nicht hergestellt sind. Erst nachdem dies geschehen ist, wird der Hahn geöffnet (Stellung „Auf“) und die Arbeitstemperatur, wie im folgenden Abschnitt beschrieben, reguliert.

Der Universal-Thermostat darf nie ungefüllt an das Netz angeschlossen werden; dies würde den Heizkörper sofort zerstören!

5.25 Einstellen der Arbeitstemperatur

Zunächst wird die Einstelltrommel (6) so weit gedreht, bis der obere Rand des als Index dienenden Metallstückes auf den zur Messung vorgesehenen Teilstrich zeigt. Die Feineinstellung des Kontaktthermometers auf die Arbeitstemperatur geschieht durch Nachstellen der Trommel. Die Arbeitstemperatur liest man nicht am Kontaktthermometer ab, sondern an dem Thermometer, das sich in der Nähe der Probe, also am Refraktometer, befindet. Sobald dieses Thermometer die zur Messung der Probe vorgeschriebene Temperatur anzeigt, wird die Rändelschraube (5) an der Einstelltrommel endgültig angezogen. Am Kontaktthermometer entspricht ein Teilstrichabstand der Trommel einer Temperaturänderung von etwa 0,04° C.

Da die im Thermostaten umlaufende Wassermenge immer auf höhere Wärmegrade (von etwa + 30° C aufwärts) gebracht wird, ist bei Arbeiten unterhalb dieser Temperatur für eine zusätzliche Abkühlung zu sorgen.

¹⁾ Weitere Daten sind auf dem jedem Universal-Thermostaten beigelegten Prüfschein angegeben.

Für Temperaturen bis zu etwa 15° C leitet man an den Anschlüssen (2) durch eine im Thermostaten eingebaute Kühltülle kaltes Wasser der Wasserleitung. Die Menge des durchfließenden Kühlwassers soll so abgestimmt sein, daß bei der vorgeschriebenen Arbeitstemperatur das Verhältnis von Heizperiode zu Kühlperiode — Aufleuchten und Verlöschen der Signallampe (16) — 1:1 bis 1:3 beträgt.

5.3 Regelung der Temperatur für nichtheizbare Meßprismen

5.31 Temperiereinrichtung C

Die Temperiereinrichtung C besteht aus:

einem etwa 10 l fassenden Emailletrog mit Isoliermantel. Der Trog ist mit einem etwa 5 cm unterhalb des Randes angebrachten Überlaufstutzen (1 Bild 17) versehen. Auf diesen schiebt man den gegebenen Gummischlauch, der durch einen Quetschhahn geschlossen wird;

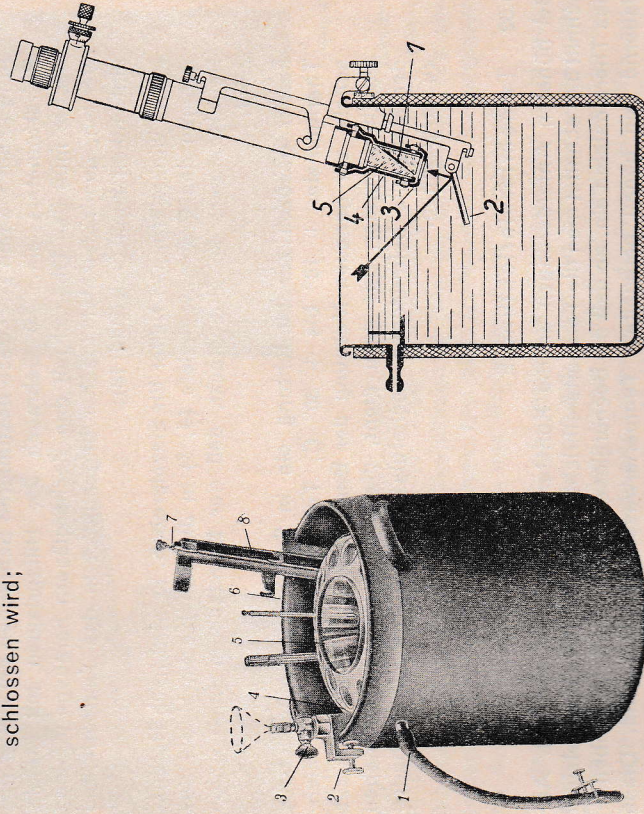


Bild 17. Temperiereinrichtung C
1 Überlaufstutzen, 2 Einfüllrohr, 3 Einstellhahn, 4, 5 Probenwechsler mit Bechergläsern, 6 Lager für das Refraktometer, 7 Rändelschraube für Spiegeleinstellung, 8 Halter mit Spiegel

Bild 18. Refraktometer mit Hilfsprisma und Metallbecher im Temperierbad C
1 Hilfsprisma, 2 Spiegel, 3 Deckel zu 4 Metallbecher, 5 Meßprisma
Der Pfeil zeigt die Beleuchtungsrichtung an

dem Einfüllrohr (2), das nach Einlegen des zugehörigen Bodens in diesen eingesteckt und unter einem Winkel von 45° zum Überlaufstutzen am Rand des Troges festgeklemmt wird. Der am oberen Ende befindliche Einstellhahn (3) nimmt zum einfachen Nachfüllen von warmem oder kaltem Wasser einen Glastrichter auf. Gleichzeitig ist der Hahn zur Regelung des Zuflusses beim Arbeiten mit umlaufendem Temperierwasser vorgesehen (vgl. Abschnitt 5.32);

dem Halter (8) mit Spiegel. Er wird gegenüber dem Überlaufstutzen auf den Trogrand geklemmt und dient zur Aufnahme des Refraktometers, das sich mit den seitlich angebrachten Stiften auf das Lager (6) stützt;

dem Probenwechsler (Schirmgestell) mit einem weiten Ring (4) zur Aufnahme des drehbaren Oberteils (5) mit zwölf Bechergläsern. Den Ring hängt man an zwei dazu bestimmten Schrauben am Halter des Refraktometers ein. Bei Gebrauch der Hilfsprismen mit Metallbecher muß das Oberteil mit den Bechergläsern herausgenommen werden, damit der Metallbecher ungehindert in das Temperierbad eintauchen kann (vgl. Bild 18);

einem winkelförmigen Halter für Einzelproben. Er wird nach Herausnehmen des Probenwechslers (4, 5) in die Schlitz im Halter des Refraktometers so eingesteckt, daß der Blendschirm nach unten zeigt.

Ferner gehören zur Einrichtung ein in Schutzhülse eingesetztes Thermometer $+10^\circ$ bis $+30^\circ$ C, Teilungswert $0,1^\circ$, mit Eichschein, zur genauen Messung der Badtemperatur, und ein kurzes Stifthermometer, das dazu dient, die Temperatur in dem neben der Meßstelle befindlichen Becherglas mit der des Wasserbades zu vergleichen.

5.32 Temperiereinrichtung E

Bei höheren Anforderungen an die Konstanz der Temperatur (vgl. Abschnitt 5.1) schaltet man die Temperiereinrichtung C in den Wasserkreislauf des Thermostaten ein, so daß die Bechergläser — und damit die Proben — dauernd von genau geregeltem Temperierwasser umspült sind. Diese Zusammenstellung wird unter der Bezeichnung „Temperiereinrichtung E“ geführt.

Der Trog C (4 Bild 19) wird zunächst, ebenso wie der Thermostat (Abschnitt 5.23), mit destilliertem Wasser gefüllt (Bedarf zusätzlich etwa 10 l). Dann steckt man den vom Auslaufstutzen (2) des Thermostaten kommenden

Gummischlauch von etwa 55 cm Länge auf den Stutzen des Einstellhahns (6) und verbindet den Überlaufstutzen (5) am Trog C mit dem beigegebenen Schlauch von 13 mm lichter Weite und etwa 20 cm Länge mit dem weiten Stutzen (11 Bild 16) des Thermostaten. Zuvor wird der Verschußdeckel dieses Stutzens abgeschraubt.

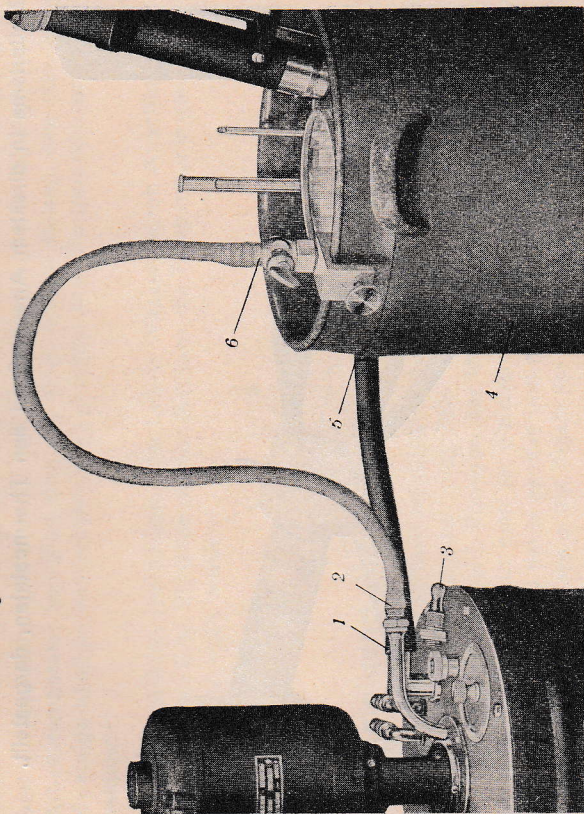


Bild 19. Temperiereinrichtung E

Nach dem Einschalten der Motorpumpe (Abschnitt 5.24) ist unter Beobachtung des Wasserspiegels im Trog C die Menge des zufließenden Wassers durch Drehen am Einstellhahn (6 Bild 19) der Menge des abfließenden Wassers anzugleichen. Erst hiernach werden die Bechergläser mit den Proben gefüllt und in den Probenwechsler eingehängt.

Da das Temperierwasser nach Abschalten des Thermostaten nicht mehr in den Trog gedrückt wird, sondern auf Grund der Heberwirkung in den Thermostaten zurückfließt, würde dieser schließlich überlaufen. Um das zu vermeiden, ist im Einfüllrohr des Trogs C, in der Nähe seines Wasserspiegels, eine kleine Öffnung angebracht. Die infolge Absinkens des Spiegels eindringende Luft unterbricht sofort den Rücklauf des Temperierwassers¹⁾. Die erwähnte Öffnung ist von Zeit zu Zeit zu reinigen.

¹⁾ Die früher gelieferten Einfüllrohre hatten noch keine solche Öffnung. Um den Rücklauf zu unterbinden, mußte der Hahn am Einfüllrohr völlig geschlossen und bei Wiederinbetriebnahme der Einrichtung die zufließende Wassermenge stets neu eingeregelt werden.

5.4 Regelung der Temperatur für heizbare Meßprismen

5.41 Anschließen des Gerätes an den Thermostaten

In Bild 20 ist die **leistungsfähigste Ausrüstung** für refraktometrische Messungen, bestehend aus dem Eintauchrefraktometer mit heizbarem Mantel, dargestellt.

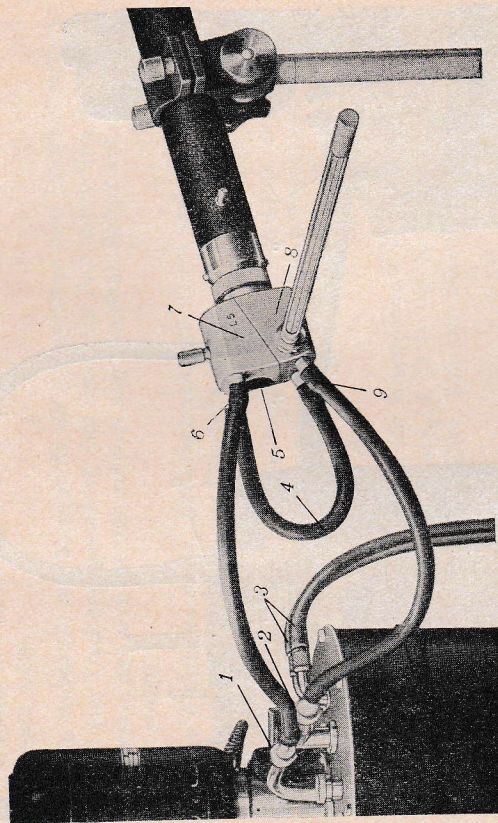


Bild 20. Eintauchrefraktometer mit heizbarem Meßprisma und Thermostaten

Mit den zum Thermostat gelieferten normalen Bunaschläuchen von etwa 30 cm Länge wird die Verbindung vom Auslaßtutzen (1) zum Stutzen (6) und vom Stutzen (9) zum Rücklaßtutzen (2) hergestellt. Der Schlauch (4), der zu jedem Prismenkörper gehört, leitet das Temperiewasser vom (4), der zu jedem Prismenkörper gehört, leitet das Temperiewasser vom Beleuchtungsprisma (7) zum Meßprisma (8); damit ist der Wasserstromkreis geschlossen.

Die Regelung der Temperatur erfolgt nach den Angaben des Abschnittes 5.25. Bei Arbeiten mit tieferen Temperaturen als etwa $+ 30^{\circ}\text{C}$ muß durch die Kühlschlange an den Schlauchstutzen (3) kaltes Wasser geleitet werden. An dem vor Stutzen (9) eingesetzten Thermometer kann die Arbeitstemperatur auf $0,1^{\circ}\text{C}$ abgelesen werden.

5.42 Vereinfachte Temperiereinrichtung

Bei nur gelegentlicher Benutzung des Refraktometers genügt es, ein mindestens 20 l fassendes, erhöht aufgestelltes Vorratsgefäß mit angewärmtem,

26

schwach desinfiziertem Wasser zu füllen und dieses langsam durch die Fassungen des Prismenkörpers laufen zu lassen. Das hindurchgeflossene Wasser wird aufgefangan und wieder verwendet; es soll einige Grade wärmer sein als die jeweils geltende Arbeitstemperatur.

Geringe Abweichungen von der am Thermometer (5 Bild 15) abgelesenen Arbeitstemperatur korrigiert man um einen kleinen Betrag, den man sich für einige häufiger wiederkehrende Lösungen bzw. Konzentrationen selbst bestimmt.

Durch Nachfüllen von heißem oder kaltem Wasser (durch Anschluß eines Tauchsieders bzw. Verwendung von Eis) kann die Temperatur in gewünschter Weise geregelt werden.

6. Reinigung der Meßprismen

Es wurde bereits mehrfach angedeutet, daß die Einhaltung der Temperatur beim Eintauchrefraktometer eine sehr wesentliche Rolle spielt. Dieser Forderung ist auch beim Reinigen der Meßprismen Rechnung zu tragen, besonders dann, wenn man an gleichartigen Proben Schnellmessungen vorzunehmen hat und dabei genaue und zuverlässige Ergebnisse erwartet. Im folgenden werden die in der Praxis am besten bewährten Verfahren mitgeteilt.

6.1 Nichtheizbare Meßprismen

Nach der Messung von **wässerigen** Lösungen faßt man das Refraktometer oberhalb des Kompensatoreinstellrings, taucht das Meßprisma einfach in das offene Temperierbad und schwenkt es einige Male darin. Jeder Rückstand der Probe löst sich dabei vom Meßprisma ab. Anschließend wird es in ein Gefäß mit destilliertem Wasser, das die gleiche Temperatur wie das Wasserbad hat, getaucht und mit einem sauberen Wattebausch abgetupft (!). Auf diese Weise wird am Meßprisma kein beträchtlicher Temperaturunterschied erzeugt, so daß die Wartezeit zwischen dem Eintauchen in die nächste Probe und der Messung verkürzt wird.

Bei **alkoholischen** und **ätherischen** Lösungen stellt man, entsprechend dem obigen Vorgang, je ein Gefäß mit dem reinen Lösungsmittel und destilliertem Wasser bereit. Sind **öihaltige** Proben untersucht worden, empfiehlt es sich, anstelle von Alkohol bzw. Äther ein geeignetes Lösungsmittel zu verwenden.

Wenn das **Hilfsprisma mit Metallbecher** benutzt wurde, sind alle mit der Probe in Berührung gekommenen Teile, also außer den beiden Prismen auch Metallbecher und Deckel, erst mit dem betreffenden Lösungsmittel und dann mit destilliertem Wasser zu reinigen und mit einem weichen sauberen Tuch zu trocknen. Staubfasern entfernt man mit einem weichen Haarpinsel, der nur für diesen Zweck benutzt werden sollte.

Die Reinigung des **aufsteckbaren Glasbechers** mit Halter geschieht in ähnlicher Weise. Da hiermit meist Serum gemessen wird, genügt das Ausspülen des Glasbechers mit destilliertem Wasser.

6.2 Heizbare Meßprismen

Jeder merkliche Nachteil, der beim Temperieren und Reinigen entstehen könnte, ist bei Benutzung der heizbaren Meßprismen aufgehoben. Es ist nur darauf zu achten, daß das zum Reinigen verwendete Lösungsmittel nach Möglichkeit die gleiche Temperatur hat wie die untersuchte Probe; denn starke Temperaturschwankungen können zu Sprüngen im Kitt und zu dessen Herausbröckeln führen.

7. Schriftumshinweis

Den vielseitigen Anwendungen des Eintauchrefraktometers entspricht das umfangreiche Schrifttum. Man vergleiche hierzu die Monographie von Löwe, F.: Optische Messungen des Chemikers und Mediziners, 6. Aufl. Dresden: Steinkopff 1954. Der z. Z. vollständigste Schriftumsnachweis ist das „Verzeichnis von Veröffentlichungen über Arbeiten mit dem Eintauchrefraktometer“ (Druckschriften-Nr. 32-V 130-1). Auf Verlangen wird diese Druckschrift gern zur Verfügung gestellt.

8. Tabellen

8.1 Tabellen zur Umrechnung der Teilungswerte in Brechungszahlen n_D und umgekehrt

nicht-heizbar I	L 2	L 3	L 4	L 5	L 6	L 7	L 8	L 9	L 10	heizbar L 1	heizbares Prisma L 1
				Prisma L 2	Prisma L 3	Prisma L 4	Prisma L 5	Prisma L 6	Prisma L 7	Prisma L 8	heizbares Prisma L 2
				Prisma L 3	Prisma L 4	Prisma L 5	Prisma L 6	Prisma L 7	Prisma L 8	Prisma L 9	heizbares Prisma L 3
				Prisma L 4	Prisma L 5	Prisma L 6	Prisma L 7	Prisma L 8	Prisma L 9	Prisma L 10	heizbares Prisma L 4
											heizbares Prisma L 5
											heizbares Prisma L 6
											heizbares Prisma L 7
											heizbares Prisma L 8
											heizbares Prisma L 9
											heizbares Prisma L 10

8.2 Tabellen zur Umrechnung der Teilungswerte in Eiweißprozentage

8.3 Übersicht zu Wagners Tabellen zum Eintauchrefraktometer, ausgerüstet mit dem nichtheizbaren Meßprisma I

Beispiel

Ein Methylalkohol zeige den Teilungswert 8,7 an. In der nebenstehenden Tabelle für das Prisma I sind die ganzen Teilungswerte angegeben; man entnimmt daraus für den Wert 8 die Brechungszahl $n_D = 1,33048$. Die Differenz zwischen den Werten 8 und 9 beträgt 39 Einheiten der fünften Dezimale, so daß 0,7 · 39 Einheiten der fünften Dezimale der für Teilungswert 8 abgelesenen Brechungszahl hinzugezählt werden müssen. Um die Rechnung zu erleichtern, sind in Spalte 3 zu den einzelnen Differenzen für die Zehntelteilungswerte die zugehörigen n_D -Werte angegeben. Man entnimmt also der Tabelle mit der Überschrift 39 zu der Zahl 7 den Wert 27,3 ($0,7 \cdot 39 = 27,3$) und erhält das Ergebnis $n_D = 1,33048 + 0,00027 = 1,33075$.

nicht-
heizbar
I

nichtheizbares Prisma I

Tabelle zur Umrechnung der Teilungswerte in Brechungszahlen n_D und umgekehrt

Teilungswerte	n_D	Δn	Teilungswerte	n_D	Δn
-5	1,3 25 39	39	50	1,3 46 50	37
-4	25 78	40	51	46 87	37
-3	26 18	39	52	47 24	38
-2	26 57	40	53	47 62	37
-1	26 97	39	54	47 99	37
0	27 36	39	55	48 36	37
+1	27 75	39	56	48 73	37
+2	28 14	39	57	49 10	37
+3	28 53	39	58	49 47	37
+4	28 92	39	59	49 84	37
5	29 31	39	60	50 21	37
6	29 70	39	61	50 58	37
7	30 09	39	62	50 95	36
8	30 48	39	63	51 31	37
9	30 87	39	64	51 68	37
10	31 26	39	65	52 05	37
11	31 65	39	66	52 42	36
12	32 04	38	67	52 78	37
13	32 42	39	68	53 15	36
14	32 81	39	69	53 51	37
15	33 20	39	70	53 88	36
16	33 59	38	71	54 24	37
17	33 97	39	72	54 61	36
18	34 36	38	73	54 97	37
19	34 74	39	74	55 34	36
20	35 13	39	75	55 70	36
21	35 51	38	76	56 06	36
22	35 89	39	77	56 42	37
23	36 28	38	78	56 79	36
24	36 66	38	79	57 15	36
25	37 04	38	80	57 51	36
26	37 42	39	81	57 87	36
27	37 81	38	82	58 23	36
28	38 19	38	83	58 59	36
29	38 57	38	84	58 95	36
30	38 95	38	85	59 31	36
31	39 33	38	86	59 67	36
32	39 71	37	87	60 03	35
33	40 09	38	88	60 38	36
34	40 47	38	89	60 74	36
35	40 85	38	90	61 10	35
36	41 23	38	91	61 45	35
37	41 61	37	92	61 81	36
38	41 98	38	93	62 16	36
39	42 36	38	94	62 52	35
40	42 74	38	95	62 87	35
41	43 12	38	96	63 22	35
42	43 50	38	97	63 58	36
43	43 87	37	98	63 93	35
44	44 25	38	99	64 29	36
45	44 63	38	100	64 64	35
46	45 00	38	101	64 99	35
47	45 38	37	102	65 34	36
48	45 75	38	103	65 70	36
49	46 13	37	104	66 05	35
50	46 50	37	105	66 40	35