

The logo is a black rectangular box containing the text 'CARL ZEISS' in a curved font at the top and 'JENA' in a straight font at the bottom, separated by a horizontal line.

CARL ZEISS  
JENA

**Abbe-Refraktometer**

**Modell G**

**Gebrauchsanleitung**

Die Bilder sind nicht in allen Einzelheiten für die Ausführung der Geräte maßgebend. Für wissenschaftliche Veröffentlichungen stellen wir Reproduktionen der Bilder - soweit sie vorhanden sind - gern zur Verfügung. Die Wiedergabe von Bildern oder Text ohne unsere Zustimmung ist nicht gestattet. Das Recht der Übersetzung ist vorbehalten.

# Inhaltsverzeichnis

1. Ausrüstung . . . . .	2
2. Beschreibung . . . . .	3
3. Meßprinzip . . . . .	5
3.1. Messung mit durchfallendem Licht . . . . .	5
3.2. Messung mit reflektiertem Licht . . . . .	6
3.3. Dispersionsmessung . . . . .	6
4. Arbeitsweise . . . . .	7
4.1. Untersuchung von Flüssigkeiten mit durchfallendem Licht . . . . .	8
4.2. Untersuchung stark absorbierender Flüssigkeiten mit reflektiertem Licht . . . . .	9
4.3. Untersuchung fester, durchsichtiger Körper mit streifend einfallendem Licht . . . . .	10
4.4. Untersuchung fester und plastischer Körper mit reflektiertem Licht . . . . .	11
4.5. Messungen mit Durchflußprisma . . . . .	12
5. Prüfen und Justieren des Refraktometers . . . . .	14
5.1. Justieren mit destilliertem Wasser . . . . .	14
5.2. Justieren mit Justierplättchen . . . . .	15
6. Temperiereinrichtung . . . . .	16
7. Pflege des Gerätes . . . . .	18
8. Auswechseln des Prismenkörpers . . . . .	19
9. Spezielle Untersuchungen . . . . .	20
9.1. Trockensubstanzbestimmung . . . . .	20
9.2. Untersuchung von Speisefetten . . . . .	21
9.3. Bestimmung der Dispersion . . . . .	22
9.4. Bestimmung der spezifischen Refraktion . . . . .	22
10. Schrifttum . . . . .	24

Die im Text genannten Sonderdrucke stellen wir, soweit noch vorhanden, auf Wunsch gern zur Verfügung.

# 1. Ausrüstung

## Grundausrüstung

Abbe-Refraktometer Modell G mit auswechselbarem Prismenkörper, in Schrank<sup>1)</sup>  
Thermometer 0 °C bis 75 °C, in Hülse  
Verbindungsschlauch  
Justierplättchen  
1 Fläschchen Monobromnaphthalin  
Justierschlüssel  
Schlüssel zum Auswechseln des Prismenkörpers  
Schlüssel zum Lösen der Bodenschraube  
Staubschutzhülle  
Dispersionstafel<sup>2)</sup>

## Ersatz- und Ergänzungsteile

Auswechselbarer Prismenkörper  
Thermometer 0 bis 75 °C, in Hülse  
Dispersionsnomogramm<sup>2)</sup>  
Nomogramm zur Bestimmung der spezifischen Refraktion  
Universal-Thermostat nach Wobser Typ U 3 für Wechselstrom 220 V 50 Hz mit Kontaktthermometer – 30 °C bis + 110 °C, Staubschutzhülle, Anschlußleitung und 2 Verbindungsschläuchen  
Durchflußprisma, bestehend aus:  
Meßprismenteil mit aufsteckbarem Abblenddeckel und Überwurfring für Thermometer  
Beleuchtungsprismenteil mit Gummidichtungsring  
Kunststoffolie  
Schlauch  
6-V-Lampe in aufsteckbarer Fassung  
Sechskantschlüssel  
Kleinspannungs-Transformator 220/6 V

---

<sup>1)</sup> Das Abbe-Refraktometer ist für den Transport mit einer Bodenschraube im Schrank befestigt, die mit dem beiliegenden Schlüssel gelöst werden muß.

<sup>2)</sup> Bei Nachbestellung ist die Angabe der Prismenbezeichnung (z. B. „F 2“) erforderlich. Sie ist in das Prisma graviert und auch am Glasteilkreis vermerkt.

## 2. Beschreibung

Die Hauptteile des Abbe-Refraktometers sind das Meßprisma, das Einstellfernrohr und der Glasteilkreis mit Ablesemikroskop.

Das **Meßprisma** ruht im Prismenkörper (4 Bild 1), der um eine horizontale Achse drehbar ist. Ebenfalls in den Prismenkörper eingekittet ist ein Beleuchtungsprisma. Die einander zugewandten Grundflächen beider Prismen bilden einen sehr schmalen Zwischenraum (etwa  $50 \text{ mm}^3$ ) zur Aufnahme der Probe. Der Prismenkörper besitzt Anschlüsse für Temperierwasser-Durchlauf und trägt ein Thermometer sowie einen Beleuchtungsspiegel. Nach dem gleichen Prinzip ist das Durchflußprisma (Abschnitt 4.5.) gebaut, bei dem jedoch statt des Beleuchtungsspiegels eine 6-V-Lampe in Fassung mittelbar angesetzt wird.

Mit dem **Einstellfernrohr** (1) betrachtet man die Grenzlinie der Totalreflexion als Grenze zwischen einer hellen und einer dunklen Sehfeldhälfte. Der Kompensator mit Rändelknopf (3) dient zum Beseitigen des Farbsaums der Grenzlinie und mit Hilfe der Skale (2) zum Messen der Dispersion. Zum Messen der Brechungszahl dreht man das Meßprisma mittels Triebknopfes (5) so, daß die Grenzlinie genau die Mitte des Strichkreuzes im Fernrohr schneidet.

Das fest mit dem Einstellfernrohr verbundene **Ablesemikroskop** (6), zeigt mit seiner Strichmarke direkt den Meßwert auf dem **Glasteilkreis**, der mit dem Meßprisma fest gekoppelt ist, an.

Der Meßbereich des Abbe-Refraktometers umfaßt die Brechungszahlen  $n_D$  von 1,3 bis 1,7 bei einer Meßunsicherheit von  $\pm 1$  bis 2 Einheiten der 4. Dezimale. Der Teilkreis zeigt die Einheiten der 3. Dezimale der Brechungszahl unmittelbar an, die 4. Dezimale läßt sich schätzen. Ebenso einfach kann die Trockensubstanz bzw. der Zuckergehalt im Bereich von 0 bis 85 Prozent mit einer Meßunsicherheit von  $\pm 0,1$  bis 0,2 Prozent an einer zweiten Skale des Glasteilkreises abgelesen werden. Zwischen 0 und 50 Prozent zeigt diese Teilung halbe, von 50 bis 85 Prozent Fünftelprozent an.

Das Refraktometer ruht auf einer Säule und kann für die verschiedenen Gebrauchslagen um eine horizontale Achse gedreht werden. Der Prismenkörper ist auswechselbar, so daß es bei einer Beschädigung des Prismas nicht notwendig ist, das Gerät einzuschicken (vgl. Abschnitt 8).

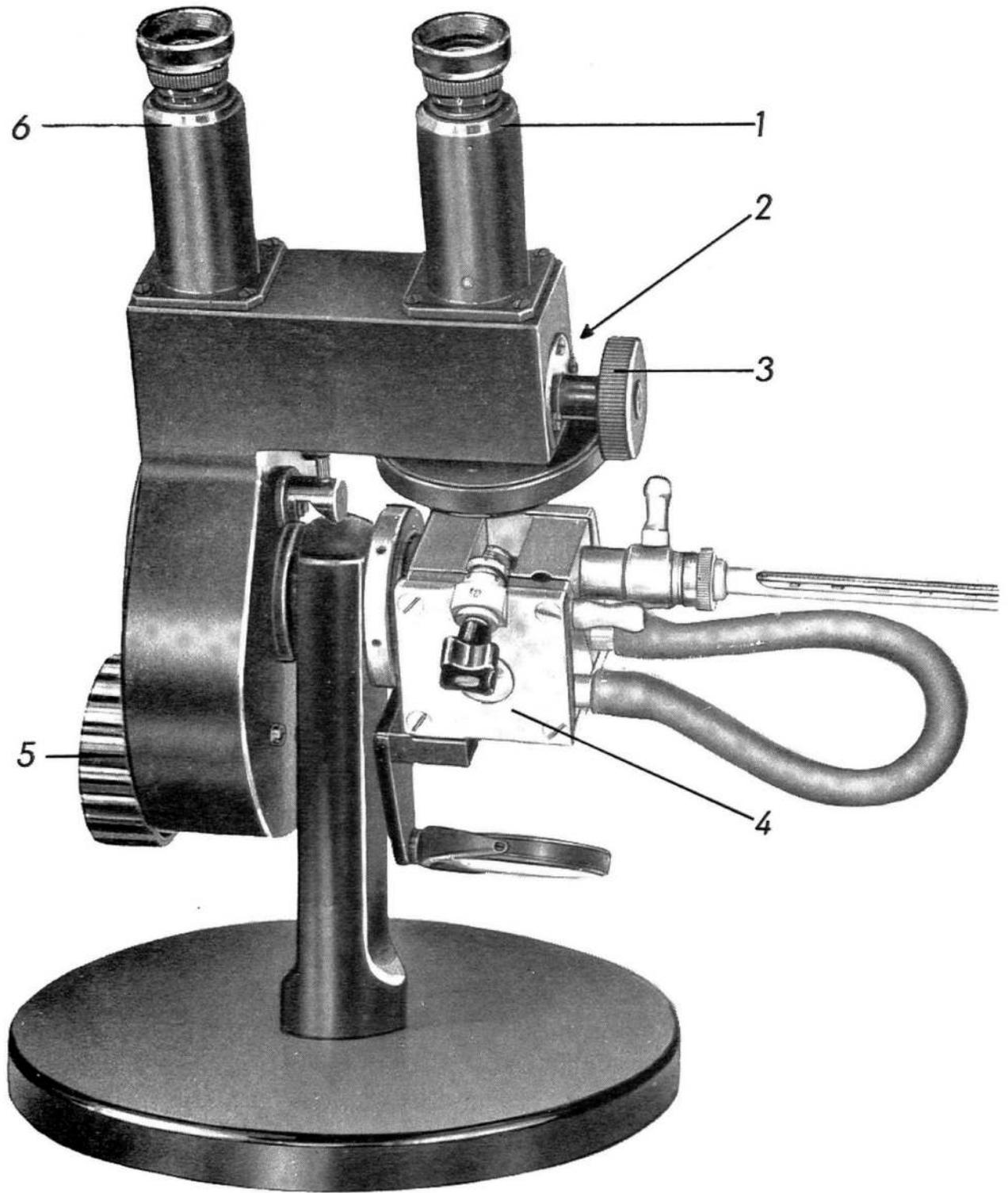


Bild 1. Abbe-Refraktometer Modell G

### 3. Meßprinzip

Grundsätzlich sind für Messungen mit dem Abbe-Refraktometer zwei Meßmethoden zu unterscheiden: die Messung mit **durchfallendem Licht bei streifendem Einfall** und die Messung mit **reflektiertem Licht bei Totalreflexion**. Über die Anwendung der verschiedenen Verfahren gibt im einzelnen Abschnitt 4. Auskunft.

#### 3.1. Messung mit durchfallendem Licht

Bei der **Messung mit durchfallendem Licht** tritt das Licht durch die Probe hindurch auf die Meßfläche des Meßprismas. Der streifend einfallende Lichtanteil wird unter dem Grenzwinkel der Totalreflexion gebrochen und wird im Fernrohr als Grenzlinie zwischen Hell- und Dunkelfeld beobachtet. Diese erscheint zunächst als breiter Farbsaum, den man durch Drehen am Kompensator beseitigt. Die jetzt scharfe Grenzlinie stellt man genau auf den Schnittpunkt des Strickkreuzes ein (Bild 3). Da die Lage der Grenzlinie von der Brechungsahl der Probe abhängt und der Glasteilkreis fest mit dem Prisma gekoppelt ist, zeigt in dieser Einstellung des Fernrohrs das Ablesemikroskop mit seiner Strichmarke sofort den gesuchten  $n_D$ -Wert an (Bild 2).

Den streifenden Einfall in das Meßprisma erreicht man bei der Messung mit durchfallendem Licht auf zwei Arten. Entweder benutzt man ein Beleuchtungsprisma (Bild 4 a), dessen mattierte Grundfläche das Licht in allen Richtungen - also auch streifend - auf die

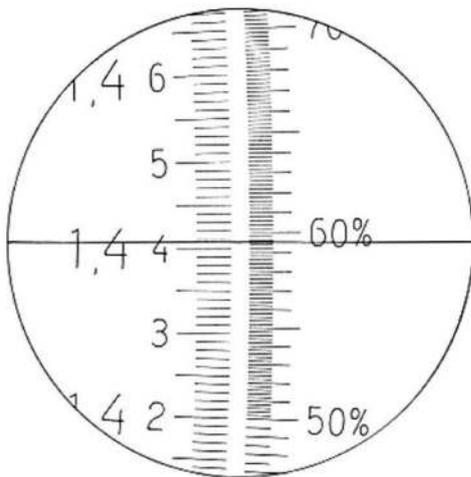


Bild 2. Sehfeld im Ablesemikroskop

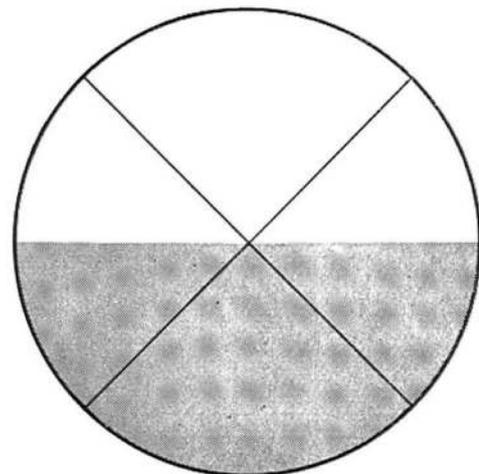


Bild 3. Sehfeld im Einstellfernrohr

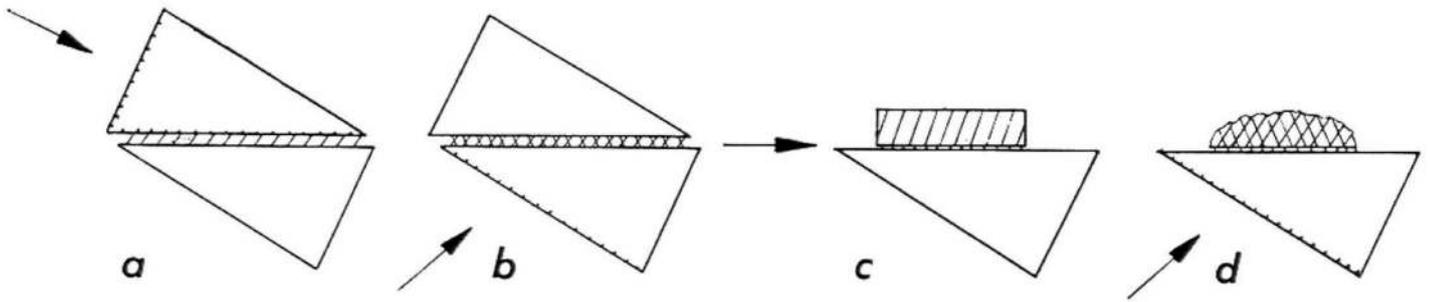


Bild 4. Meßprinzip bei  
 a) Messung mit durchfallendem Licht mit Beleuchtungsprisma  
 b) Messung mit reflektiertem Licht mit Beleuchtungsprisma  
 c) Messung mit durchfallendem Licht  
 d) Messung mit reflektiertem Licht

Meßfläche auftreffen läßt (Messung von Flüssigkeiten, Abschnitt 4.1.). Oder man läßt das Licht ohne Beleuchtungsprisma (Bild 4c) streifend auf die Meßfläche fallen. Diese Anordnung ermöglicht zusätzlich die Messungen fester Stoffe (Abschnitt 4.3.).

### 3.2. Messung mit reflektiertem Licht

Bei der **Messung mit reflektiertem Licht** tritt das Licht durch die Öffnung (1 Bild 5) direkt in das Meßprisma ein. An der Berührungsfläche von Meßprisma und Probe wird ein Teil des Lichtes total reflektiert und zeigt sich im Fernrohr als Hellfeld. Wieder kompensiert man den Farbsaum der Grenzlinie, stellt diese auf die Mitte des Strickkreuzes ein und liest den Meßwert am Teilkreis ab.

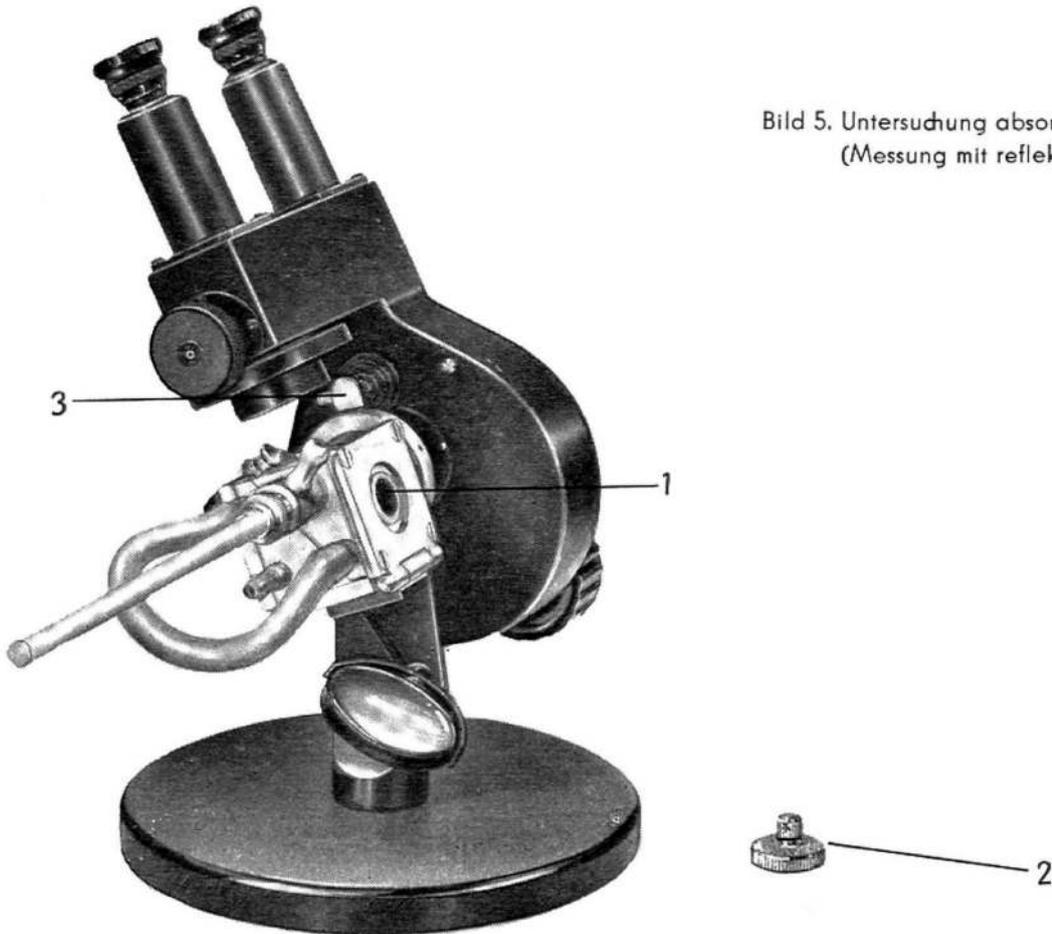
Der Kontrast zwischen Hell- und Dunkelfeld ist bei der Messung mit reflektiertem Licht nicht so kräftig wie bei durchfallendem Licht, da das Dunkelfeld durch partiell reflektiertes Licht aufgehellt wird. Außerdem ist beachtenswert, daß gegenüber der Messung mit durchfallendem Licht Hell- und Dunkelfeld ihre Lage vertauscht haben.

### 3.3. Dispersionsmessung

Die Möglichkeit zur Bestimmung der Dispersion ergibt sich beiläufig bei der Messung der Brechungszahl nach einer der beiden eben beschriebenen Methoden. Je nach der Dispersion der Probe ist die Einstellung des Kompensators auf die farbfreie Grenzlinie verschieden. Die Kompensatorstellung kann an der Teilung (2 Bild 1) als Trommelzahl ermittelt werden.

Die Trommel ist nach beiden Seiten von 0 bis 60 geteilt. Man mißt je fünf Einstellungen auf beiden Seiten und nimmt dann den Mittelwert. (Über die Auswertung vgl. Abschnitt 9.3.)

Bild 5. Untersuchung absorbierender Stoffe  
(Messung mit reflektiertem Licht)



#### 4. Arbeitsweise

Zuerst Überwurfmutter (1 Bild 6) abschrauben, Thermometer einstecken und in Beobachtungsrichtung drehen. Überwurfmutter wieder aufsetzen und festziehen. Spiegel (3 Bild 5) zur Beleuchtung des Glasteilkreises verstellen, bis das Sehfeld im Ablesemikroskop hell ausgeleuchtet ist. Durch Drehen der Rändelfassungen beider Okulare Strichkreuz bzw. Teilung scharf einstellen.

Als Lichtquelle dient normalerweise eine zweckmäßig abgeschirmte Leuchte mit mattierter Glühlampe von 25 oder 40 W. Es kann auch bei Tageslicht gearbeitet werden.

Für gelegentliche orientierende Messungen kann der Gebrauch des Thermostats unterbleiben. Es genügt dann, die Meßtemperatur abzulesen und dem Meßergebnis hinzuzufügen. Für Serien- und Vergleichsmessungen ist jedoch das Einhalten einer gleichbleibenden Temperatur mittels Thermostats unerlässlich.

Thermostat aufstellen, die zwei mitgelieferten Schläuche mit den Anschlußstutzen (Z mit Z

und R mit R) verbinden, Die beiden noch freien Anschlüsse am Prisma mit dem kurzen Schlauch verbinden.

Der Anschluß an das Netz und die Inbetriebnahme der Temperiereinrichtung ist nach den Anweisungen in Abschnitt 6. vorzunehmen.

#### **4.1. Untersuchung von Flüssigkeiten mit durchfallendem Licht**

Durch Drehen des Griffes (2 Bild 6) nach links Prismenkörper öffnen, gleichzeitig Ober- teil bis zur waagerechten Lage der Meßfläche nach unten neigen. Beide Prismenflächen und die Metallfassungen mit weichem Leinentuch und etwas Wasser oder Äther sorgfältig reinigen und trocknen. 2 bis 3 Tropfen der Probe mit einem abgerundeten Glasstab auf die blanke Fläche des Meßprismas geben; ein Berühren der Fläche ist dabei zu vermeiden.

Beleuchtungsprisma langsam wieder anklappen, Prismenkörper durch Rechtsdrehen des Griffes schließen. Hierbei überzeugt ein Blick in die quadratische Lichteintrittsöffnung des Beleuchtungsprismas davon, daß der ganze Raum zwischen beiden Prismen gleichmäßig ausgefüllt ist; denn Luftblasen in der Flüssigkeitsschicht verringern den Kontrast der Grenzlinie. Wenn nötig, Probemenge etwas reichlicher nehmen.

Refraktometer in Gebrauchslage aufrichten (Bild 1) und mit dem Triebknopf (5) zunächst auf den Anfang der Meßteilung einstellen. Zum Ausgleich der Temperatur vor der Mes- sung einige Minuten warten. Währenddessen Spiegel (3 Bild 6) so stellen, daß das Licht die quadratische Öffnung des Beleuchtungsprismas ausfüllt und das Sehfeld im Fernrohr- okular hell erscheint.

Am Triebknopf langsam nach den größeren Meßwerten drehen, bis das Sehfeld von unten her dunkel wird. Farbsaum zwischen beiden Halbfeldern durch Drehen am Rändel- knopf (3) zum Verschwinden bringen; die jetzt scharfe Grenzlinie durch weiteres Drehen am Triebknopf auf den Schnittpunkt des Strickkreuzes einstellen. In dieser Stellung liest man an der  $n_D$  - bzw.  $\rho$ -Teilung das Meßergebnis ab.

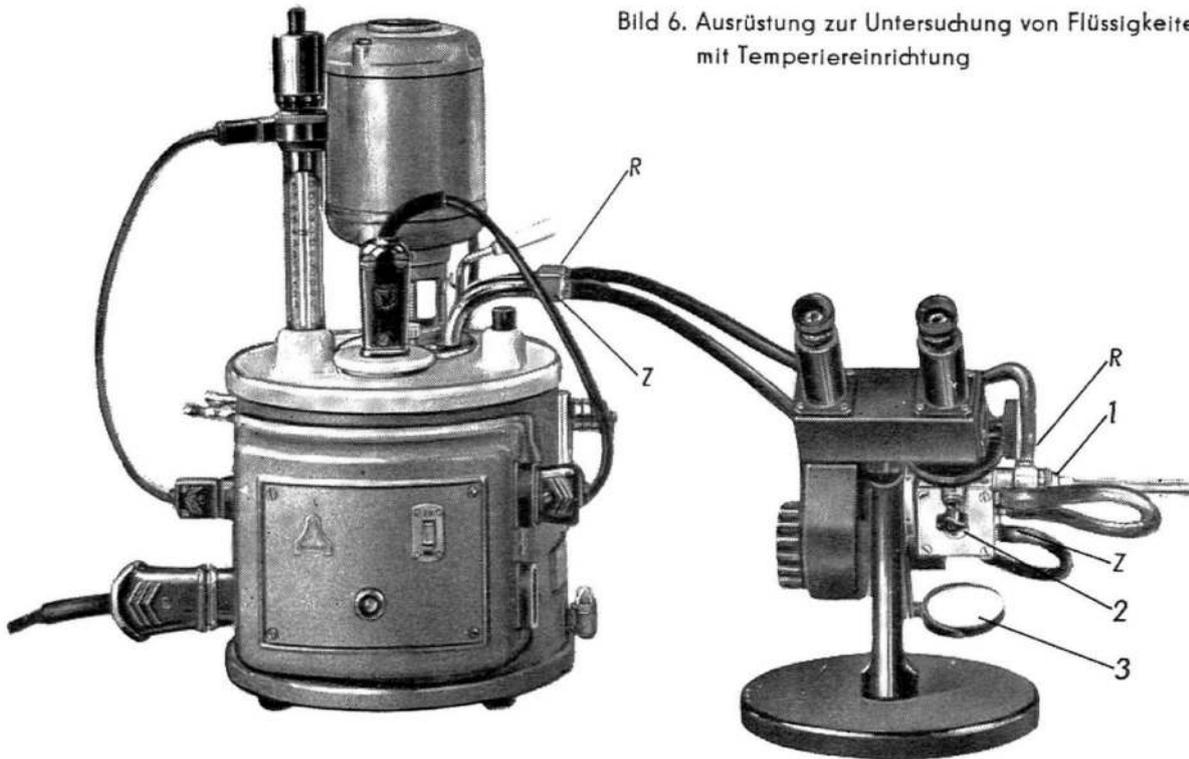
Das Verfahren zum Reinigen und Beschicken der Prismen läßt sich nach folgender An- leitung noch beschleunigen:

Gerät aus der Gebrauchslage nur zur Hälfte umlegen, Beleuchtungsprisma aufklappen, beide Prismenflächen reinigen.

Beleuchtungsprisma soweit schließen, das es von der Fassung des Meßprismas gerade gehalten wird.

Mit Hilfe einer Pipette einige Tropfen der Probe in die trichterförmige Öffnung rechts neben dem Verschuß einfließen lassen, gleichzeitig mit der linken Hand durch Rechts- drehen des Schraubenkopfes Prismenkörper ganz schließen.

Bild 6. Ausrüstung zur Untersuchung von Flüssigkeiten mit Temperiereinrichtung



Dieses Schnellverfahren ermöglicht selbst die Untersuchung **leicht verdunstender** Lösungen.

Die Prismenfassungen des Abbe-Refraktometers sind verchromt. Das Gerät kann daher bei einiger Vorsicht auch zur Untersuchung von **Säuren** benutzt werden. Um dabei Schäden zu vermeiden, bringt man nur soviel Substanz auf das Meßprisma, daß die Meßfläche nach dem Schließen des Prismenkörpers nicht voll bedeckt ist. Die Messung ist möglichst rasch durchzuführen (evtl. Probe vortemperieren). Das Prisma sofort nach jeder Messung recht gründlich reinigen.

#### **4.2. Untersuchung stark absorbierender Flüssigkeiten mit reflektiertem Licht**

Sollen sehr stark gefärbte Proben, z. B. Melassen, Marmeladen, Teeröle usw., untersucht werden, so ist unter Umständen die Messung im durchfallenden Licht nicht mehr anwendbar, oder sie führt zu fehlerhaften Ergebnissen (3). Man geht dann zur Messung im reflektierten Licht (Bild 4b) über, indem man den runden Deckel (2 Bild 5) abnimmt und das Licht unmittelbar in das Meßprisma einfallen läßt. Der Spiegel (3 Bild 6) wird dabei zur Seite gekippt und es ist darauf zu achten, daß kein Licht in das Beleuchtungsprisma fällt. Die Arbeitsweise ist im übrigen die gleiche wie für durchfallendes Licht (Abschnitt 4.1.)

### 4.3. Untersuchung fester, durchsichtiger Körper mit streifend einfallendem Licht

Feste, klar durchsichtige Körper lassen sich in vielen Fällen mit streifend einfallendem Licht messen (Bild 4c). Dabei ist es notwendig, daß der Prüfling zwei polierte Flächen hat, die miteinander einen Winkel von  $90^\circ$  einschließen und in einer scharfen Kante aneinander grenzen. Die eine polierte Fläche kommt auf das Meßprisma, die zweite zeigt zur Lichtquelle. Die dünne Luftschicht zwischen Meßprisma und Prüfling muß durch eine Kontaktflüssigkeit ausgefüllt werden, deren Brechungszahl höher liegt als die des Prüflings. In den meisten Fällen ist dafür Monobromnaphthalin anwendbar ( $n_D=1,65$ ).

Die Messung geschieht genau nach der in Abschnitt 5.2. gegebenen Anleitung. Man braucht nur das Wort „Justierplättchen“ durch „Prüfling“ zu ersetzen. Da sich die Brechungs- zahl fester Körper mit der Temperatur nur wenig ändert (außer bei Kunststoffen), kann hier im allgemeinen auf eine Temperierung verzichtet werden.

Bei ungefügg großen Körpern (Bild 7) muß die Meßprismenfläche ihre horizontale Lage beibehalten. Die Aufstellung des Refraktometers ist dann dieselbe wie beim Messen fester Körper im reflektierten Licht, jetzt aber mit der Beleuchtung von vorn, nach Reflexion an der Fläche des Beleuchtungsprismas. Als Lichtquelle benutzt man zweckmäßig eine erhöht aufgestellte Glühlampe.



Bild 7. Untersuchung fester und plastischer Körper (Messung mit reflektiertem Licht)

#### 4.4. Untersuchung fester und plastischer Körper mit reflektiertem Licht

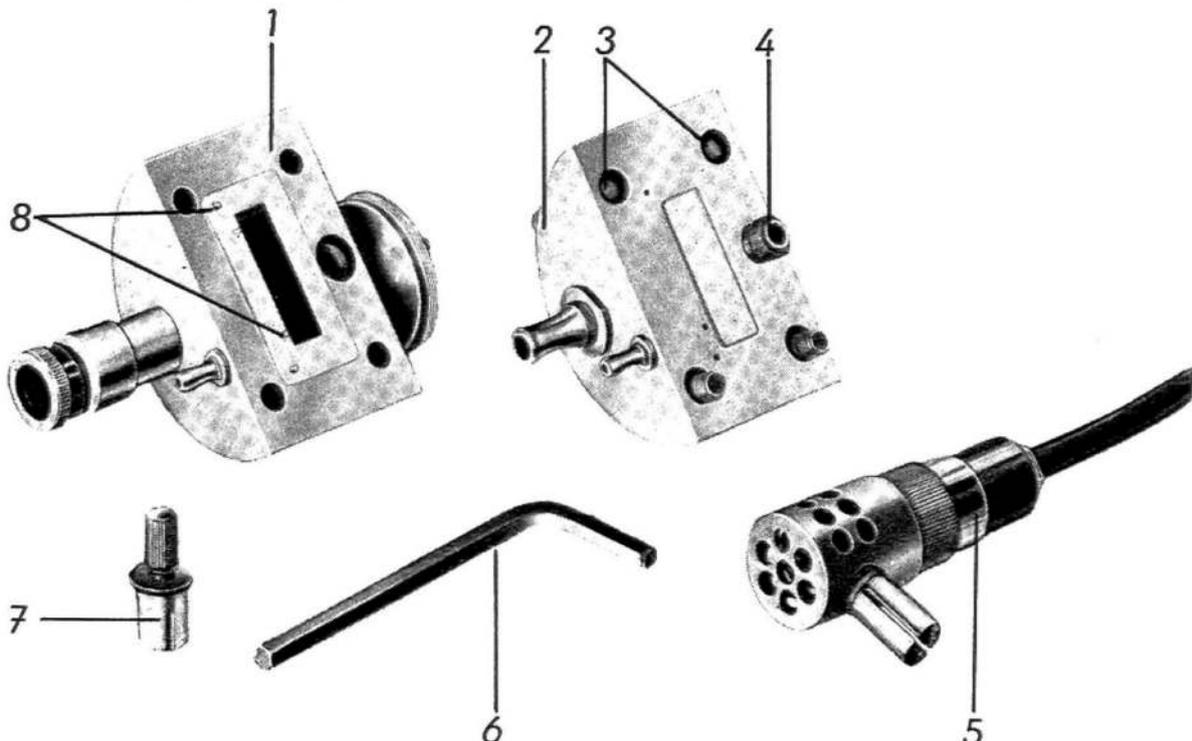
Die Messung plastischer Körper ist nur mit reflektiertem Licht bei aufgeklapptem Prismenkörper (wie in Abschnitt 4.3.) möglich (Bild 4d). Feste Körper wird man tunlichst im streifend einfallenden Licht messen. Wenn sie aber farbig oder nicht genügend durchsichtig sind oder wenn man nicht zwei Flächen mit scharfer Kante anpolieren kann, muß man auch hier zum reflektierten Licht übergehen. Der Prüfling braucht bei dieser Meßmethode nur **eine** gut eben geschliffene und polierte Fläche etwa in der Größe des Meßprismas zu besitzen. An die Temperierung werden - außer bei Kunststoffen - keine besonderen Anforderungen gestellt.

Im allgemeinen ist die Meßfläche des Meßprismas horizontal zu stellen und das gesamte Refraktometer erhöht aufzubauen. Auf das Meßprisma bringt man einen kleinen Tropfen Kontaktflüssigkeit und legt die Probe mit ihrer anpolierten Fläche unter leichtem Druck auf das Meßprisma (vgl. Abschnitt 5.2.). Der Beleuchtungsspiegel wird beim Einblick in das Fernrohrkular so gestellt, daß von der Seite kommendes Licht in die Lichteintrittsöffnung des Meßprismas fällt. Die im Okular erkennbaren zwei Grenzlinien rühren von der Probe und der Kontaktflüssigkeit her.

Bei plastischen zähen Körpern (Baumharz usw.) bringt man eine kleine Menge auf das Meßprisma und überzeugt sich durch einen Blick auf die quadratische Lichtaustrittsöffnung davon, daß die Substanz ohne Luftblasen dicht an der Prismenfläche anliegt. Unter Umständen ist ein vorsichtiges, schwaches Erwärmen der Substanz von Vorteil.

Zur Messung fester und plastischer Stoffe im reflektierten Licht kann man auch ein Durchflußprisma benutzen, wenn man seinen Beleuchtungsprismenteil abschraubt. Die unmittelbar angesetzte Leuchte bietet dabei den Vorteil einer gleichmäßig guten Beleuchtung im gesamten Meßbereich.

Bild 8. Durchflußprisma, zerlegt



#### 4.5. Messung mit Durchflußprisma

Die Messung kontinuierlich fließender Proben erfolgt sehr einfach mit dem Durchflußprisma. An das Abbe-Refraktometer wird der Meßprismenteil (1 Bild 8) wie ein normaler Prismenkörper angesetzt (Abschnitt 8.). In dieser Stellung kann sofort die Justierung mit Justierplättchen (Abschnitt 5.2.) erfolgen. Das Abbe-Refraktometer wird dabei so weit um seine Hauptachse geschwenkt, daß die Prismenfläche etwa horizontal liegt und sich die Lichtquelle in der Ebene der Meßfläche des Meßprismas aufstellen läßt. Ist beabsichtigt, spätere Messungen mit reflektiertem Licht durchzuführen, so steckt man die Lampenfassung (5) mit ihrem Klemmstück in die entsprechende Öffnung am Meßprismenteil und justiert im reflektierten Licht. Nach Reinigung der Prismenfläche wird die Kunststoffolie auf den Meßprismenteil so aufgelegt, daß die beiden Stifte (8) in die Löcher der Folie greifen. Der Beleuchtungsprismenteil (2), der am Verbindungsstutzen für Temperierwasser einen Gummidichtungsring (4) tragen muß, wird auf den Meßprismenteil aufgesetzt. Mit dem Schlüssel (6) sind die vier Schrauben (3) gleichmäßig fest anzuziehen.

An den Temperierdurchfluß (12 Bild 9) werden das Thermometer (11) und die Schläuche zum Thermostaten angesetzt.

Je nach Art der Messung mit durchfallendem oder mit reflektiertem Licht wird die Lampenfassung in die runde Öffnung am Beleuchtungs- bzw. am Meßprismenteil eingeschoben. Die noch freie runde Öffnung wird mit dem Abblenddeckel (7 Bild 1) verschlossen. Die Anschlüsse (10) für den Probendurchfluß (Innendurchmesser 1,5 mm) werden mit den entsprechenden Schlauchverbindungen versehen. Damit ist das Abbe-Refraktometer für Durchfluß betriebsbereit.

Bei Messung mit durchfallendem Licht zeigt die Grenzlinie einen etwas niedrigeren Wert für die Brechungszahl an als mit reflektiertem Licht. Dies ist durch die Dicke der Kunststoffolie bedingt. Da diese Differenz auch bei der Justierung auftritt, kann kein Meßfehler entstehen, wenn man mit der Methode mißt, mit der man justiert hat. Die Justierung kann jederzeit durch Einfüllen von destilliertem Wasser kontrolliert werden.

Die Mindestmenge für eine Einzelmessung beträgt etwa 0,2 ml. Zur Verdrängung einer Flüssigkeit durch eine andere sind 0,5 ml und mehr erforderlich. Im allgemeinen ist eine Vortemperierung der Probe nötig. Sie kann jedoch dann entfallen, wenn die Durchflußgeschwindigkeit weniger als 0,2 ml/min beträgt oder die Meßtemperatur sich von der der zufließenden Probe um weniger als 1 grad. unterscheidet.

Die Reinigung des Durchflußraums erfolgt durch Spülen mit destilliertem Wasser oder Lösungsmittel. In hartnäckigen Fällen sollte man den Beleuchtungsprismenteil abschrauben, um die Reinigung mittels Leinentuches bequemer durchführen zu können.

Der sehr geringe Querschnitt des Durchflußraumes von höchstens 2,5 mm<sup>2</sup> ermöglicht es, das Durchflußprisma vorteilhaft zur Analyse Säulenchromatogrammen einzusetzen.

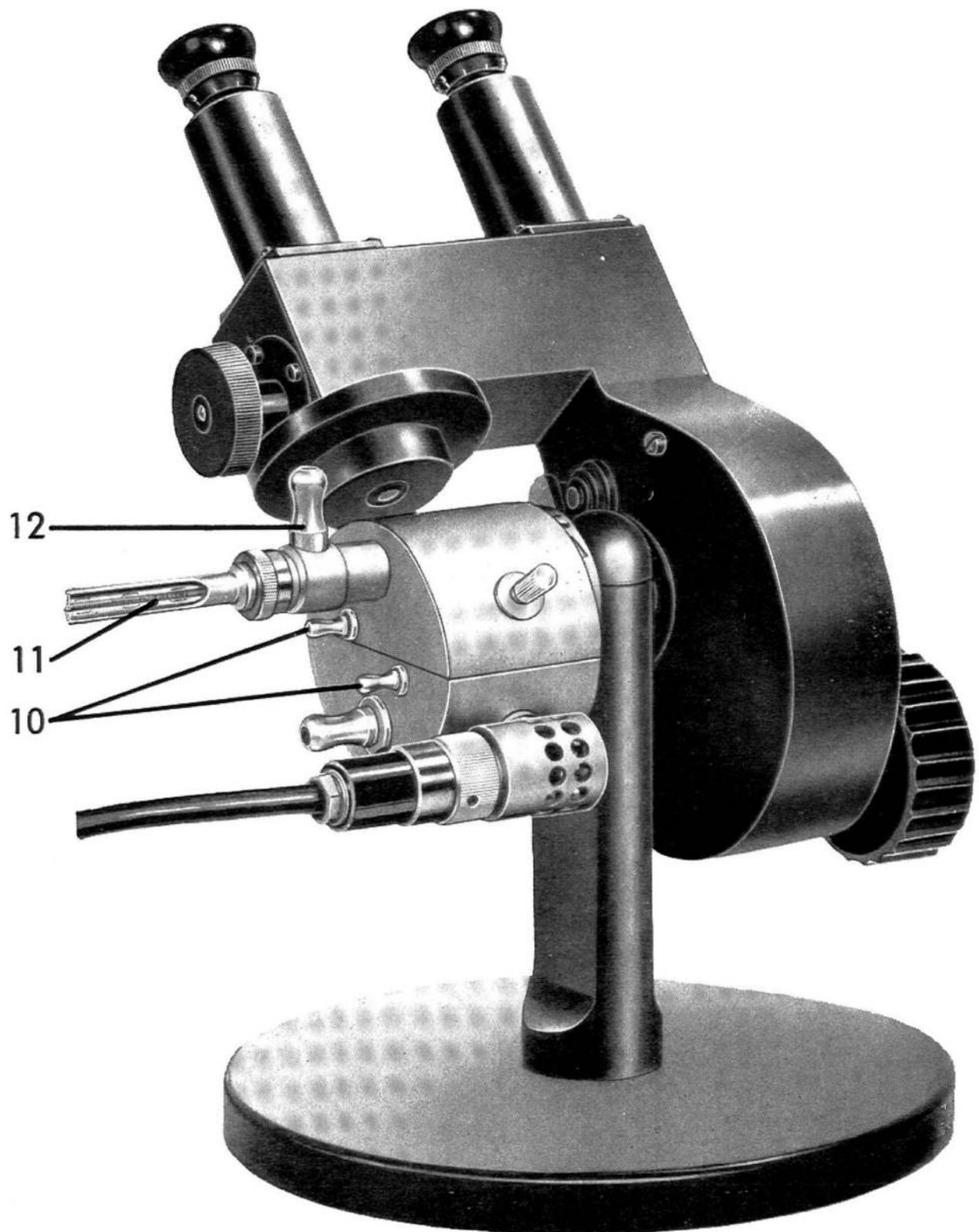


Bild 9. Abbe-Refraktometer mit Durchflußprisma

## 5. Prüfen und Justieren des Refraktometers

Von Zeit zu Zeit, besonders vor Serienmessungen, ist das Abbe-Refraktometer auf richtige Justierung zu prüfen. Das Prüfen und Justieren wird entweder mit destilliertem Wasser oder mit Hilfe des beigegebenen Justierplättchens vorgenommen und geschieht in beiden Fällen nach dem Verfahren zur Messung mit durchfallendem Licht (Abschnitt 3.1., Bilder 4a und c).

### 5.1. Justieren mit destilliertem Wasser

Destilliertes Wasser als Probe auf das Meßprisma geben (Abschnitt 3.1.), auf eine bestimmte Temperatur zwischen 10 °C und 30 °C temperieren, Grenzlinie auf das Strichkreuz im Fernrohr einstellen, Brechungsanzahl am Teilkreis ablesen.

Weicht diese mehr als 2 Einheiten der 4. Dezimale von der zur Meßtemperatur gehörigen Brechungsanzahl ab (vgl. Justiertabelle), so muß nachjustiert werden:

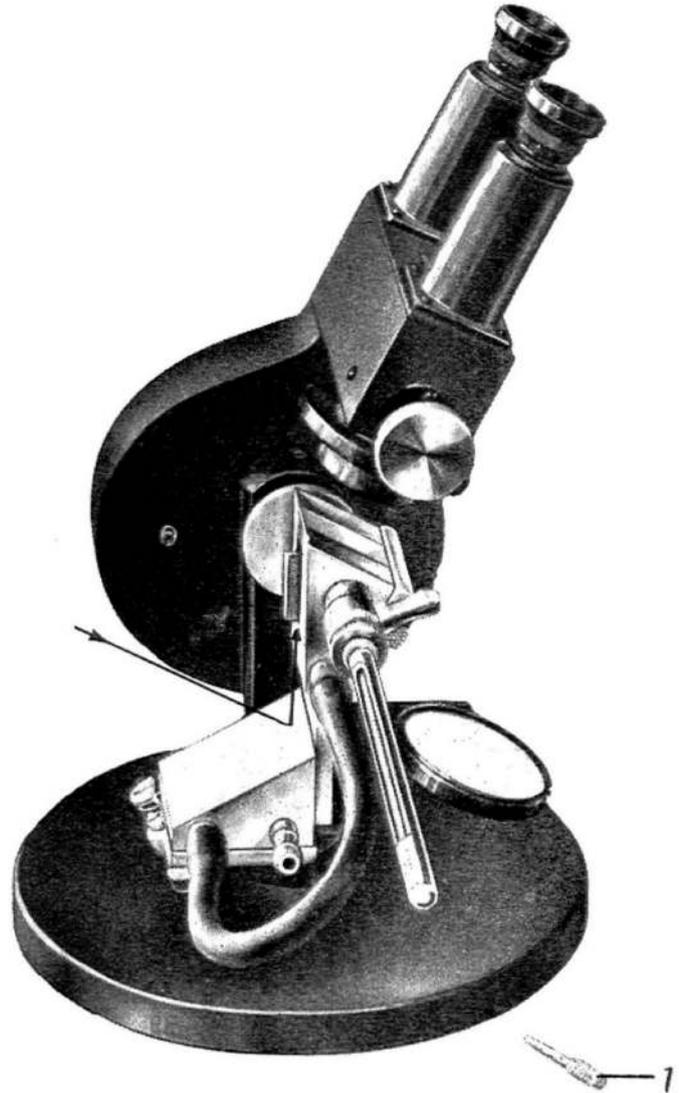
Strichmarke im Ablesemikroskop auf die vorgeschriebene Brechungsanzahl einstellen (z. B. bei 20 °C auf 1,3330), beigegebenen Vierkantschlüssel (1 Bild 8) auf die viereckige Schraube (2) setzen und Schlüssel drehen, bis im Fernrohr die Grenzlinie auf dem Schnittpunkt des Strichkreuzes steht, Schlüssel wieder herausnehmen. Messung zur Kontrolle wiederholen.

### Justiertabelle für das temperierte Abbe-Refraktometer

Justierflüssigkeit: Destilliertes Wasser von 10 °C bis 30 °C

Temp.	$n_D$	Temp.	$n_D$
10	1,3337	20	1,3330
11	1,3336	21	1,3329
12	1,3336	22	1,3328
13	1,3335	23	1,3327
14	1,3335	24	1,3326
15	1,3334	25	1,3325
16	1,3333	26	1,3324
17	1,3332	27	1,3323
18	1,3332	28	1,3322
19	1,3331	29	1,3321
20	1,3330	30	1,3320

Bild 10. Justieren mit Justierplättchen



## 5.2. Justieren mit Justierplättchen

Blanke Fläche des Meßprismas und beide polierten Flächen des Justierplättchens mit einem weichen, sauberen Tuch und einen Haarpinsel sorgfältig reinigen und von Staubfasern befreien. Mit einem dünnen, abgerundeten Glasstab auf das Meßprisma 1 Tropfen Monobromnaphthalin geben, der nach dem Aufbringen im Durchmesser 1 bis 2 mm groß sein soll. Plättchen mit seiner großen polierten Fläche längs auf die Mitte der Meßprismenfläche legen, wobei die kleine polierte Fläche dem Beleuchtungsprisma und der Lichtquelle zugewandt ist. Beim Andrücken des Justierplättchens zeigt sich die richtige Menge Monobromnaphthalin daran, daß sich die Flüssigkeit gleichmäßig und frei von Luftblasen auf der ganzen Fläche des Justierplättchens verteilt, an den Rändern aber nirgends übersteht. War der Tropfen zu groß, so bleibt das Plättchen nicht auf dem Prisma

haften, sondern gleitet langsam ab. Dabei bildet die Flüssigkeitsschicht zumeist einen Keil, dessen prismatische Wirkung im Sehfeld eine falsche Lage der Grenzlinie verursacht. Wenn das Auflegen des Justierplättchens richtig durchgeführt worden ist, sind auf der oberen, matten Fläche des Plättchens die in der Flüssigkeitsschicht entstehenden bunten Interferenzstreifen zu erkennen. Diese müssen parallel zur Längsseite des Plättchens verlaufen und möglichst breit sein. Durch Druck auf das Justierplättchen ist das auch leicht zu erreichen.

Nach Reflexion an der Metallfassung des Beleuchtungsprismas tritt das Licht in Richtung des in Bild 10 eingezeichneten Pfeiles in das Objekt ein. Da im Sehfeld des Fernrohrs auch andere Linien auftreten können, die das Bild der Grenzlinie stören, legt man auf die Fläche des Beleuchtungsprismas ein Stück mattweißes Papier.

Messung mehrere Male wiederholen, jedesmal Plättchen abnehmen, reinigen und auf das ebenfalls gut gereinigte und entstaubte Prisma nach obiger Vorschrift auflegen.

Mittel der Meßwerte mit dem auf dem Justierplättchen gravierten  $n_D$ -Wert vergleichen. Bei Abweichungen von mehr als 2 Einheiten der 4. Dezimale nachjustieren, wie unter 5.1. beschrieben.

## 6. Temperiereinrichtung

Das Abbe-Refraktometer ist für einen Temperaturbereich von  $0^\circ\text{C}$  bis  $+70^\circ\text{C}$  vorgesehen. Man kann aber ohne Schaden für das Gerät auch noch bei  $+100^\circ\text{C}$  Messungen vornehmen, wobei als Temperierflüssigkeit z.B. reines Glycerin benutzt wird.

Die genaue Einhaltung der Meßtemperatur auf besser als  $0,2$  grad ist erforderlich, da bei Flüssigkeiten die Brechungszahl stark von der Temperatur abhängt. Z.B. beträgt der Temperaturkoeffizient (Änderung der Brechungszahl je  $1$  grad.) für Wasser  $0,9$ , für Äthylenglykol  $2,6$  und für Äthyljudid  $6,9$  Einheiten der 4. Dezimale.

Zur Temperierung des Abbe-Refraktometers eignet sich sehr gut der Universal-Thermostat nach Wobser Typ U 3 (Bild 9) mit Relaissteuerung. Er liefert bei bequemer Handhabung und zuverlässiger Arbeitsweise eine Temperaturkonstanz des Wasserstroms von  $\pm 0,02^\circ\text{C}$ . Als Temperierflüssigkeit dient destilliertes Wasser.

Zur Inbetriebnahme Abflußhahn (14) schließen, Tauchsieder (1) herausnehmen und destilliertes Wasser einfüllen (Bedarf etwa  $2,5$  l).

Der Wasserspiegel muß während des Betriebs zwischen den beiden roten Marken des Niveaurohrs (12) stehen.

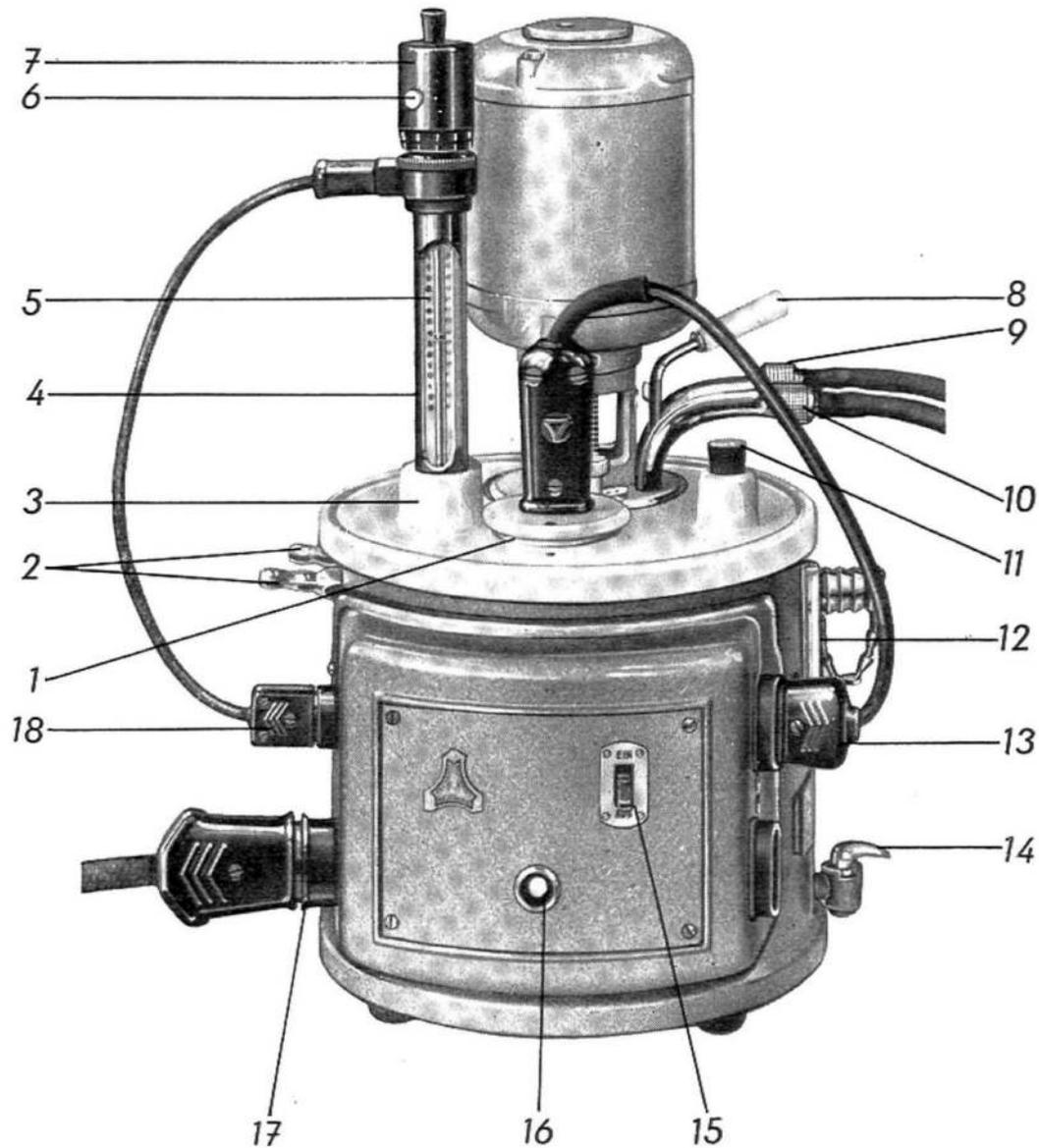


Bild 11. Universal-Thermostat nach Wobser, Typ U 3

Tauchsieder unter Beachtung der Rotpunkt-Markierung wieder einführen, Stecker bei „Heizung“ (13) anschließen.

Hülse (4) in die Öffnung (3) der Deckplatte einschieben, Kontaktthermometer (5) einsetzen<sup>1)</sup> und mit Zuleitung (18) anschließen. Einstelltrommel (7) so aufsetzen, daß die

<sup>1)</sup> Man überzeuge sich zuvor, daß der Quecksilberfaden nicht gerissen ist. Anderenfalls Metallanzeiger mit Hilfe der Einstelltrommel so hoch drehen, bis das untere Ende des Kontakt drahtes in der Überhitzungsblase steht. Quecksilber vorsichtig erwärmen, damit sich der Faden unter Abscheidung des Gas-einschlusses wieder vereinigt. Langsam abkühlen lassen.

Spitze der Thermometerkapsel in die Bohrung des Einstellmagneten eingreift. Motor an die zugehörige Dose anschließen.

Zu- und Rückflußstutzen (10, 9) durch Schlauch mit dem Refraktometer verbinden (vgl. Abschnitt 4.).

Bei Messungen mit Temperaturen unter  $+30^{\circ}\text{C}$  ist es notwendig, die durch den Motor entstehende Wärme abzuführen. Dazu Schlauchanschlüsse (2) als Zu- und Rückfluß mit der Wasserleitung verbinden und Kaltwasser durch die Kühlschlange fließen lassen.

Thermostat mit Dose (17) an das Netz (220 V) anschließen, einschalten (15), Zuflußhebel (8), auf „Auf“ stellen. Man kann den Zuflußhebel auch zunächst geschlossen lassen und den Thermostaten aufheizen, ehe das Refraktometer angeschlossen ist.

Während der Heizperiode leuchtet die Signallampe (16) auf; sie erlischt selbsttätig, sobald die eingestellte Temperatur erreicht ist. Die durchlaufende Kühlwassermenge reguliert man so, daß sich die Heizperiode zur Kühlperiode (Aufleuchten und Verlöschen der Signallampe) etwa wie 1:2 verhält.

Zur Temperatureinstellung Einstelltrommel (7) drehen. Dabei bewegt sich der Metallanzeiger auf oder ab. Seine obere Kante ist für die Grobeinstellung maßgebend. Temperatur am Refraktometer ablesen und gegebenenfalls durch Drehen der Einstelltrommel Kontaktthermometer nachstellen. 1 Skalenteil der Trommel entspricht etwa  $0,04^{\circ}\text{C}$ . Ist die gewünschte Meßtemperatur erreicht, dann Einstelltrommel festklemmen (6).

**Thermostat nie ungefüllt an das Netz anschließen!** Dies würde den Heizkörper sofort zerstören. Im übrigen beachte man die jedem Thermostaten beigegebene ausführliche Betriebsanleitung.

## 7. Pflege des Gerätes

Wie bereits erwähnt, sind die Innenflächen des Prismenkörpers nach jeder einzelnen Messung sorgfältig zu reinigen und nachzutrocknen. In Wasser lösliche Säfte entfernt man zunächst mit einem nassen Schwamm, der danach für den nächsten Gebrauch in Wasser gereinigt werden muß.

Sind ölige Substanzen untersucht worden, so hat man die Prismenflächen mit einem geeigneten Lösungsmittel (Benzin, Äther) zu säubern.

Es ist darauf zu achten, daß das Reinigungsmittel annähernd die gleiche Temperatur wie das Prisma hat. Starke Temperaturschwankungen können zu Sprüngen im Kitt und zum Herausbröckeln desselben führen.

Nach Serienmessungen nehme man eine sorgfältige Reinigung des ganzen Gerätes vor. Bei längeren Arbeitspausen ist die Staubschutzhülle über das Gerät zu decken.

## 8. Auswechseln des Prismenkörpers

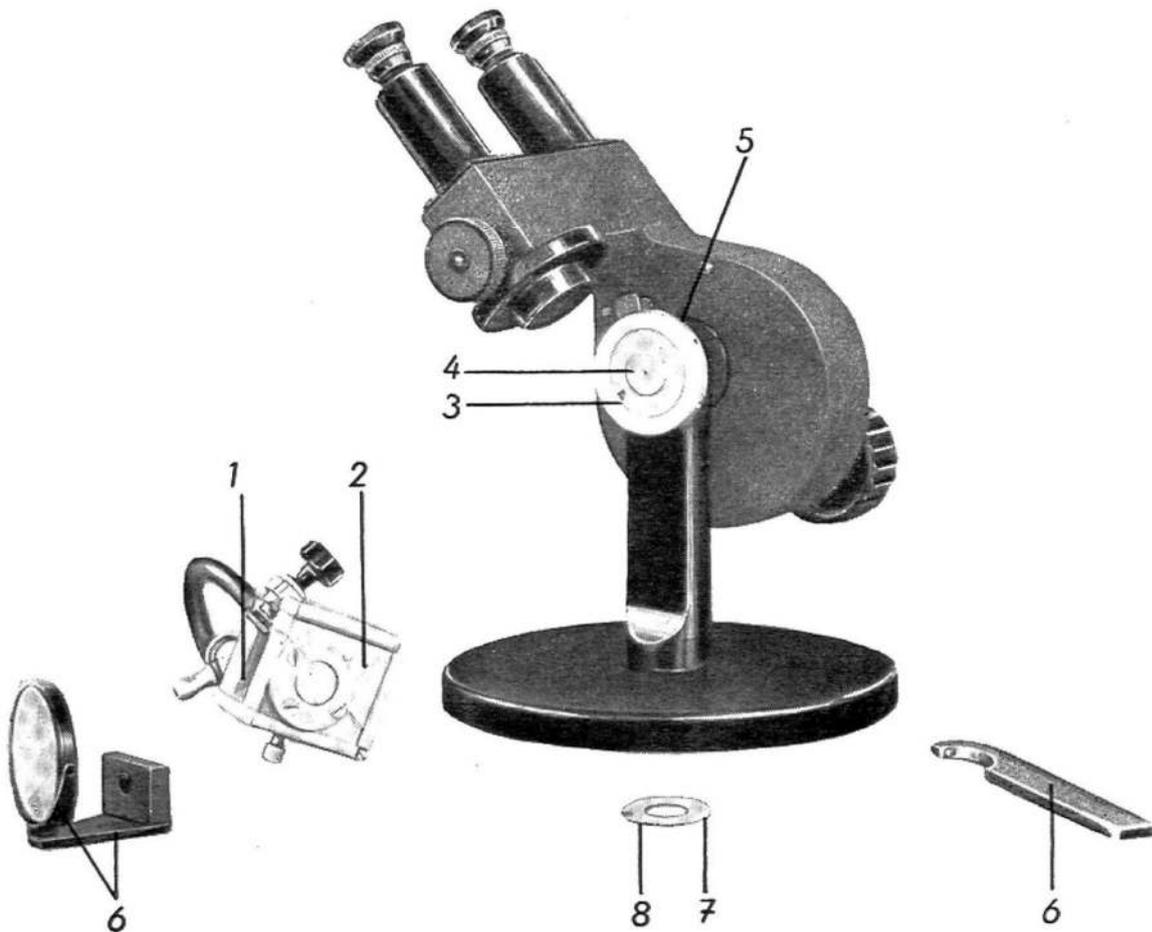
Der Prismenkörper des Abbe-Refraktometers Modell G ist austauschbar, so daß bei Beschädigung des Prismas dieses vom Benutzer selber ausgewechselt werden kann. Auch bei Refraktometern aus früheren Serien (ab Fabr.-Nr. 132271) kann der Prismenkörper noch nachträglich auswechselbar eingerichtet werden, wenn das Gerät zur Umänderung an uns eingesandt wird.

Zum Abschrauben des Prismenkörpers Schlüssel (6 Bild 10) am Überwurfring (5) ansetzen und im Uhrzeigersinn drehen.

Das Ansetzen des Prismenkörpers geschieht wie folgt:

Zwischenscheibe (7) bei (4) aufstecken; ihr Ausschnitt (8) muß dabei über der Nut (3) liegen.

Bild 12. Austauschen des Prismenkörpers



Prismenkörper (1) so ansetzen, daß der kurze Führungsstift (2) in die Nut (3) eingreift; dabei passend andrücken!

Überwurfring (5) erst mit der Hand aufschrauben und dann mit Hilfe des Schlüssels (6) festziehen.

Anschließend ist das Gerät gemäß Abschnitt 5. dieser Anleitung zu justieren. Prismenkörper gleicher Art als **Ersatz** werden **ohne** Spiegelhalter und Spiegel (9) geliefert, da sich diese Teile bereits am Gerät befinden. Das Auswechseln des Halters ist nach Lösen seiner Befestigungsschraube leicht möglich.

Bei **Nachbestellung** eines Prismenkörpers muß uns die an der Skale vermerkte Kennzeichnung, z. B. „F 2“, mit angegeben werden.

## 9. Spezielle Untersuchungen

### 9.1. Trockensubstanzbestimmung

Die Ermittlung des Trockensubstanzgehaltes wird mit dem Abbe-Refraktometer vorwiegend an Obst- und Gemüsesäften, Tomatenkonserven, Brauselimonaden und anderen Nahrungs- und Genußmitteln vorgenommen. Die Trockensubstanzskale ist nach der internationalen Zuckerskale von 1936 geteilt. Sie zeigt den Gehalt an Trockensubstanz, d. h. an wasserfreiem Anteil eines Produktes, nur bei reinen Zuckerlösungen genau an. In den meisten Fällen enthält die Trockensubstanz neben dem Hauptanteil Zucker noch wasserlösliche Nichtzuckerstoffe, die ähnlich wie Zucker auf die Brechungszahl wirken, sowie unlösliche Bestandteile.

Das „Unlösliche“, das z. B. bei Marmeladen durchschnittlich 2 Prozent der gesamten Trockensubstanz ausmacht, wird durch die refraktometrische Messung nicht erfaßt. In jedem Fall wirken die gelösten Nichtzuckerstoffe mehr oder weniger - je nach Art des untersuchten Erzeugnisses - auf die Brechungszahl ein, so daß das Refraktometer den gesamten „wasserlöslichen Extrakt“ (Zucker und gelöste Nichtzuckerstoffe) als Trockensubstanz anzeigt.

Für sehr genaue Bestimmungen der gesamten Trockensubstanz ist es erforderlich, die Differenz zwischen der Refraktometeranzeige und dem wirklichen, durch Eindampfen und Abwiegen ermittelten Trockensubstanzgehalt des betreffenden Erzeugnisses einmal festzustellen und bei allen späteren Messungen zu berücksichtigen. Die Trockensubstanzskale ist gültig für Messungen bei 20 °C. Bei abweichenden Temperaturen zwischen 10 °C und 30 °C ist die abgelesene Prozentzahl nach der folgenden Korrektionsstabelle zu berichtigen.

## Internationale Temperaturkorrekturstabelle 1936, bezogen auf 20 °C

Temperatur (°C)	Trockensubstanzgehalt														
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
	Von den Trockensubstanzprozenten ist abzuziehen														
10	0,50	0,54	0,58	0,61	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72	0,73	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79
11	0,46	0,49	0,53	0,55	0,58	0,60	0,62	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71
12	0,42	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,61	0,63	0,63
13	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,54	0,55	0,55
14	0,33	0,35	0,37	0,39	0,40	0,41	0,42	0,43	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,48
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,36	0,37	0,37	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	0,32
17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
27	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
28	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64
29	0,64	0,66	0,68	0,69	0,71	0,72	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73
30	0,72	0,74	0,77	0,78	0,79	0,80	0,80	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81

**Beispiel:** Bei 25 °C sei gefunden  
Korrektion  
Berichtigter Prozentgehalt

52 ‰ Trockensubstanz  
0,40‰  
52,40‰ Trockensubstanz

### 9.2. Untersuchung von Speiseölen und -fetten

In Ölmühlen wird der Fettgehalt von Ölsaaten nach dem Verfahren von Leithe [1] durch Herauslösen des Fettes mit Monobromnaphthalin bestimmt. In unserer Anleitung dazu (Druckschrift 32-A110-1) ist das Verfahren näher beschrieben.

Zugleich sind dort Tabellen für folgende Samenarten wiedergegeben:

Lein, Soja, Sonnenblumen, Lupine, Mohn, Sesam, Baumwolle, Kürbis, Buche, Raps, Rübsen, Erdnuß, Kopra, Palmkerne,

Nach dem gleichen Verfahren von Leithe kann der Fettgehalt in Milch und Milcherzeugnissen bestimmt werden. Eine ausführliche Beschreibung des Verfahrens und Hinweise auf zahlreiche weitere Anwendungen gibt auch Littmann [2].

Weitere Untersuchungen an Ölen und Fetten, z.B. die Mehrphasenrefraktometrie nach Kaufmann und Thieme [9], werden häufig mit dem Lebensmittelrefraktometer ausgeführt. Mit seinem Meßbereich bis  $n_D = 1,54$  reicht es aus, solange keine hochbrechenden Lösungsmittel verwendet werden. Wir verweisen diesbezüglich auf unsere Druckschrift 32-G 155b-1, S. 16-22.

### 9.3. Bestimmung der Dispersion

Aus Brechungszahl  $n_D$  und Trommelzahl  $z$  läßt sich die mittlere Dispersion  $n_F - n_C$  und die Abbesche Zahl  $\nu$  bestimmen. Dazu benutzt man gewöhnlich die jedem Gerät beigegebene Dispersionstafel 32-T110-1. Diese enthält die Werte  $A$ ,  $B$  und  $\sigma$ , aus denen sich die mittlere Dispersion nach der Formel  $n_F - n_C = A + B \sigma$  errechnet. Beim Gebrauch der Tafel ist zu beachten, daß die Kennzeichnung am Kopf, z.B. „F 2“, mit der Kennzeichnung des Glasteilkreises am Refraktometer übereinstimmt.

Um die zeitraubende Rechenarbeit mit der Tafel zu vermeiden, benutzt man - vor allem für die Routineanalyse - das Dispersionsnomogramm. Dieses besteht aus fünf Leitern für die Trommelzahlen „ $z$ “, die Brechungszahlen „ $n_D$  für  $n_F - n_C$ “ und „ $n_D$  für  $\nu$ “ (rot beziffert), die Dispersionszahlen „ $n_F - n_C$ “ und schließlich die Abbeschen Zahlen „ $\nu$ “ (rot beziffert). Verbindet man die gemessenen Werte auf den Leitern „ $z$ “ und „ $n_D$  für  $n_F - n_C$ “, so findet man die Dispersion „ $n_F - n_C$ “. Verbindet man „ $z$ “ und „ $n_D$  für  $\nu$ “, so findet man „ $\nu$ “. Besondere Bedeutung hat die Dispersionsbestimmung für die Analyse und die Reinheitsbestimmung organischer Substanzen [1].

### 9.4. Bestimmung der spezifischen Refraktion

Die spezifische Refraktion ist definiert durch den Lorentz-Lorenz-Ausdruck

$$r = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{1}{d}$$

Daraus abgeleitet ist die Molrefraktion  $R = rM$  ( $n$  = Brechungszahl,  $d$  = Dichte,  $M$  = Molekulargewicht).

Die spezifische Refraktion und damit auch die Molrefraktion eines Stoffes ist in weiten Grenzen von der Temperatur und sogar vom Aggregatzustand unabhängig. Sie ist also eine Stoffkonstante und besitzt als solche große Bedeutung für Konstitutionsbestimmungen in der makromolekularen Chemie und auf verwandten Gebieten. Weiterhin wendet man die spezifische und die Molrefraktion vorteilhaft bei Konzentrationsbestimmungen von Flüssigkeitsgemischen an, da sie sich linear mit der Konzentration ändern, was für die Brechungszahl und die Dichte durchaus nicht gilt [5, 10-12].

Um bei der routinemäßigen Bestimmung von  $r$  bzw.  $R$  die umständliche Rechenarbeit zu vermeiden, haben wir ein Nomogramm (Bild 13) entwickelt, mit dem aus den gemessenen Werten von  $n$  und  $d$  durch Anlegen eines Lineals an die entsprechenden Leitern der zugehörige  $r$ -Wert an einer dritten Leiter direkt abgelesen werden kann. Das Nomogramm ist aufgeteilt in zwei Bereiche, für  $r$  von 0,10 bis 0,24 (linkes Blatt) und von 0,23 bis 0,37 (rechtes Blatt).

**Beispiel:** Für Wasser von 20 °C ist  $n_D = 1,333$  und  $d = 0,998$ ; hierfür ergibt sich  $r = 0,2060$ .

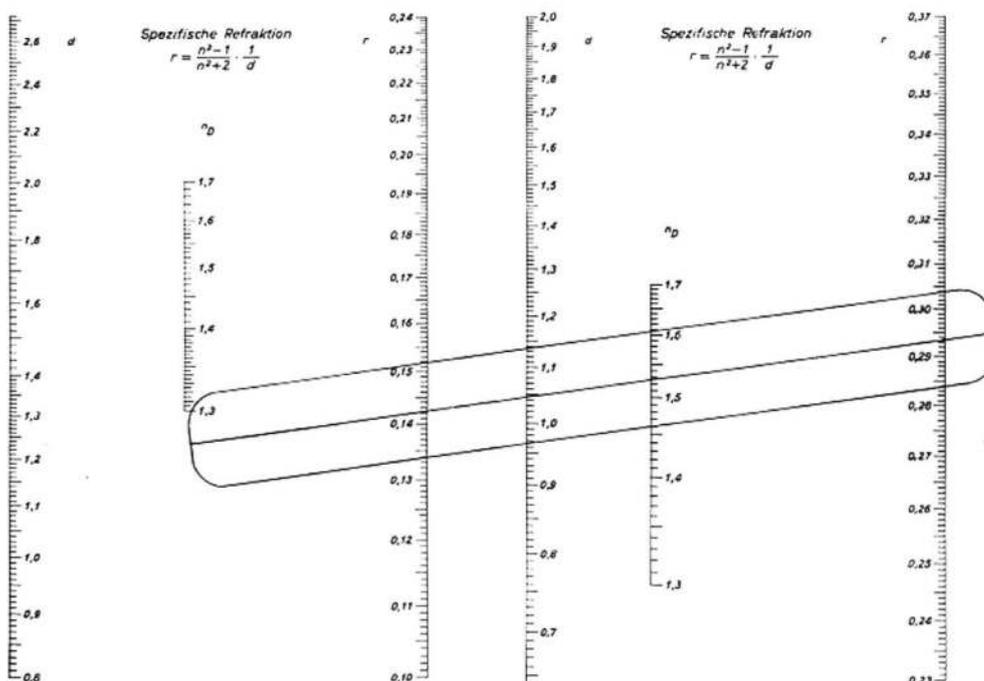


Bild 13. Nomogramm zur Bestimmung der spezifischen Refraktion

## 10. Schrifttum

- [1] Leithe, W.: Refraktometrische Fettbestimmung in Ölsaaten mit Bromnaphthalin, Z. Unters. Lebensm. **71** (1936) 33.
- [2] Littmann, H.: Die refraktometrische Fettbestimmung, Jena-Nachr., 2. Folge, H. 7, 1938 (mit 42 Zitaten).
- [3] Littmann, H.: Die Messung des Brechungsvermögens absorbierender Flüssigkeiten, Phys. Z. **41** (1940) H. 19, S. 442-447.
- [4] Joffe, B. W.: Mehrere Arbeiten zur Konstitutionsbestimmung organischer Flüssigkeiten in den Ber. d. Akad. d. Wiss. d. UdSSR in den Jahren 1946-1954.
- [5] Fischer, E.: Die Bestimmung der Molekularrefraktion, Quant. org. Mikroanal. **6** (1949) S. 306.
- [6] Gordijenko, A.: Löslichkeit und Erkennung makromolekularer Stoffe, Chem. Techn. **4** (1952) S. 34 u. 89.
- [7] Roth, W. A., Eisenlohr, F. und Löwe, F.: Refraktometrisches Hilfsbuch, Berlin: Gruyter 1952.
- [8] Löwe, F.: Optische Messungen des Chemikers und des Mediziners, 6. Aufl. Dresden und Leipzig; Steinkopff 1954.
- [9] Kaufmann, H. P. und Thieme, J. G.: Zur Refraktometrie der Fette (mehrere Arbeiten), Fette, Seifen, Anstrichmittel 1954-1957.
- [10] Mason, M. und Wegienka, L. C.: Die Beziehung zwischen  $R_f$ -Wert und Atomrefraktion bei der „Aussalz“-Chromatographie, Biochim. Biophys. Acta **26**, 1957, 182.
- [11] Lüdde, K.-H.: Die spezifische Refraktion und Trommelzahl von ätherischen Ölen, Riechstoffe und Aromen, April-Juni-Ausg. 1959.
- [12] Rösner, H., Wagner, M. und Hüttig, E.: Einfache Analyse gesättigter Schmierölfraktionen, Chem. Techn. **12** (1960) S. 478-482.



# **VEB Carl Zeiss JENA**

Vertriebsabteilung Meßgeräte

Fernsprecher: Jena 70 42 · Fernschreiber: Jena 058 622

Druckschriften-Nr. 32-G11Ob-1