



# Refraktometrie-Fibel

THEORIE UND PRAXIS DER REFRAKTOMETRIE



a xylem brand

**Xylem Analytics Germany  
Sales GmbH & Co. KG,  
Dept. Bellingham + Stanley**

Hattenbergstr. 10  
55122 Mainz  
Germany

Tel.: +49.(0)6131.66.5111  
Fax: +49.(0)6131.66.5001  
E-Mail: [bs.germany@xyleminc.com](mailto:bs.germany@xyleminc.com)  
Internet: [www.XylemAnalytics.com](http://www.XylemAnalytics.com)



## **VORWORT**

In diesem Handbuch, das 1988 von Gil Stanley anlässlich des 75-jährigen Bestehens von Bellingham + Stanley verfasst wurde, werden die grundlegenden Prinzipien beschrieben, nach denen Refraktometer funktionieren.

Die hier vorgestellten Prinzipien wurden zwar vor etwa 30 Jahren verfasst. Sie sind jedoch heute immer noch relevant, sodass diese Fibel ein nützliches Nachschlagewerk für Anwender, Wissenschaftler und Forscher bildet.

Der erste Teil dieser praktischen Fibel befasst sich mit den Grundlagen der Refraktometrie und den marktüblichen Refraktometern. Im zweiten Teil folgen nähere Erläuterungen und Beschreibungen spezifischer Messungen an unterschiedlichen Materialien.

Wir wünschen Ihnen viel Erfolg beim Messen mit Ihrem Refraktometer!

Ihr Bellingham + Stanley Team

Hauptsitz:  
Bellingham + Stanley, a Xylem brand

Xylem, Longfield Road  
Tunbridge Wells  
Kent, TN2 3EY  
United Kingdom

# INHALT

## REFRAKTOMETRIE - GRUNDPRINZIPIEN

Brechungsindex.....	12
Kritischer Winkel.....	15
Refraktometer-Prisma.....	17
Teleskope.....	19
Refraktometer: Grundkonzept.....	22

## Durchlicht- & Reflexionsmodi

Grenzlinien-Qualität und Kontrast.....	27
Grenzlinien-Qualität - Transmissionsmodus.....	27
Absorption von Licht im Flüssigkeitsfilm.....	29
Vorteile & Nachteile des Reflexionsmodus.....	29
Vorteil - Farbige Proben.....	29
Vorteil - Dicke des Proben-Films.....	30
Vorteil - Prismengröße.....	30
Vorteil - Instrumente mit eingebauter Lichtquelle.....	30
Vorteil - Anforderungen an die Lichtquelle.....	30
Nachteile des Reflexionsmodus.....	31
Beispiele für Instrumente.....	31
Spaltrefraktometer.....	31
Refraktometer basierend auf Fotodioden-Arrays.....	33

## FARBSAUM AN DER GRENZLINIE

Dispersion.....	35
Dispersion in der Probe - Effekt auf die Grenzlinie.....	35
Spektralquellen - Entladungslampen, Bogenlampen, Laser.....	36
Refraktometer mit einer weißen Lichtquelle.....	37
Prisma-Design.....	37

Farbfilter.....	39
Weißlichtquellen.....	39
Geradsichtprisma.....	40

## TEMPERATURAUSWIRKUNGEN

Temperaturkontrolle.....	43
Temperaturmessung.....	44
Temperaturkompensation - Nichtlinearität.....	45
Temperaturkompensation.....	45
Mechanische Kompensation - Trommel & Schraube.....	46
Mechanische Kompensation - Thermostatisches Bimetall.....	46
Optische Kompensation (Goldberg Refraktometer).....	46
Kompensation durch kalibriertes Thermometer.....	47
Kompensation durch Verwendung der Nullstellschraube.....	47

## FOKUSSIERBEREICH DER OKULARE

Fokussierungsinstrumente.....	48
Instrumente mit festem Fokus.....	48

## KALIBRIERUNG

Testflüssigkeiten.....	50
Testplatten.....	50

## PROBENAHME-TECHNIKEN

Homogenität der Probe.....	55
Sauberkeit.....	56
Verdunstung.....	57
Temperatur.....	58
Probe verteilen.....	59

## PRISMEN-MATERIALIEN

Physikalische Eigenschaften .....	59
Chemische Eigenschaften .....	60
Kostenfaktoren .....	60

## Anmerkungen zu verschiedenen Materialien

Glas .....	60
Kieselerde .....	61
Quarzglas .....	62
Saphir ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) .....	63

## OPTISCHES MIKROMETER

### REFRAKTOMETER MIT HOHER GENAUIGKEIT

Skalen .....	64
Vergrößerung .....	65
Messbereich .....	65
Grenzlinsen-Farbkompensation und Lichtquellen .....	66

### REFRAKTOMETER, DIE MIT ANDEREN WELLENLÄNGEN ALS NATRIUM-D VERWENDET WERDEN

### ELEKTRONISCHE REFRAKTOMETER

Photometrisches Refraktometer .....	68
Scan-Refraktometer .....	69
Mechanische Scan-Refraktometer .....	69
Elektronische Scan-Refraktometer (Fotodioden-Arrays) .....	69

### KOMBINIERTE PHYSIKALISCHE MESSUNGEN

### ZUBEHÖR

Durchflussmesszellen .....	70
Zelle für flüchtige Flüssigkeiten .....	71
Zelle für Differenzmessungen .....	71

Polarisierendes Okular .....	72
Probenpresse .....	73

## ANHANG

### VERBINDUNG ZWISCHEN LICHTGESCHWINDIGKEIT UND BRECHUNGSINDEX

### FOKUSSIERUNG DER OKULARE

Dioptrien .....	75
Vergrößerung .....	76
Fokussierbereich .....	78
Okular-Typen .....	80

### EINTRITTS- UND AUSTRITTSPUPILLEN

### FARBFILTER

1. Gelatinefilter .....	86
2. Glasfilter .....	86
3. Interferenzfilter .....	86

### OPTISCHE OBERFLÄCHENBEHANDLUNGEN

Spiegel .....	87
Antireflexbeschichtungen .....	88

### RELATIVE SPEZIFISCHE REFRAKTION

### LICHTQUELLEN

Lichtquellen - Anpassung .....	90
Lichtquellen - Typen .....	90
Thermische Quellen .....	90
Nicht-thermische Quellen .....	91
Bogenentladungslampen .....	91
Glimmentladungslampen (Vakuumröhren) .....	92

## **PROBLEME MIT KONDENSATION IN DEN INSTRUMENTEN**

### **ELEKTRONISCHE REFRAKTOMETER**

Photometrische Instrumente.....	94
Abtastinstrumente (enger Bereich - fester Detektor) .....	95
Abtastinstrumente (Weitbereich - Bewegungsmelder).....	96
Refraktometer basierend auf Photodioden-Arrays.....	97

### **RI-MESSUNG FLÜCHTIGER PROBEN**

### **RI MESSUNG VON EMULSIONEN**

### **RI-MESSUNG VON HYDRIERUNGEN**

### **RI-MESSUNG VON FESTSTOFFEN (AUSGENOMMEN EDEL- STEINE)**

Feststoffe als einzelne Körper.....	102
Feststoffe in kleinteiliger Form.....	102

### **RI-MESSUNG VON EDELSTEINEN**

Eintauchtechniken.....	103
RI-Bestimmung durch Messung der scheinbaren Tiefe .....	103
Dispersion .....	104
RI-Messung durch Reflexionsvermögen .....	104
Doppelbrechung.....	105
Tests, die nicht auf RI-Messungen basieren .....	105

### **RI-MESSUNG VON DÜNNEN FILMEN**

### **RI-MESSUNG VON HARZEN**

### **RI-MESSUNGEN DURCH DEN INTERFEROMETER**

Interferometer.....	110
---------------------	-----

### **SKALEN**

### **ZUSAMMENFASSUNG**

## REFRAKTOMETRIE - GRUNDPRINZIPIEN

### Autoren:

Gil F. Stanley

Erstmals veröffentlicht 1988.

1. Überarbeitung 2004

2. Überarbeitung 2019

Illustrationen und zusätzliche Inhalte von Dr. Jeff Pedley (2004)  
mit weiterer Überarbeitung von Kevin Chapman (2019)

Refraktometer sind Instrumente zur Messung einer optischen Konstante, die für das untersuchte Material charakteristisch ist.

Diese optische Konstante wird als Brechungsindex bezeichnet und kann verwendet werden, um wertvolle Informationen über das getestete Material zu erhalten.

Die grundlegende Definition des Brechungsindex basiert auf der Lichtgeschwindigkeit. Das Licht bewegt sich mit einer konstanten Geschwindigkeit im Vakuum (ca. 300.000 km / Sekunde). Diese wird jedoch verringert, wenn das Licht ein anderes Medium durchläuft. Das Verhältnis dieser beiden Geschwindigkeiten ist der Brechungsindex des Mediums. Wir haben also die folgende Beziehung:

$$\text{Brechungsindex der gegebenen Substanz} = \frac{\text{Lichtgeschwindigkeit in Vakuum}}{\text{Lichtgeschwindigkeit in Materie}}$$

Die Lichtgeschwindigkeit in der Luft ist nahezu die gleiche wie die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum. Da die meisten

optischen Arbeiten in einer normalen Atmosphäre durchgeführt werden, ist es üblich, den Brechungsindex eines Materials relativ zur Luft und nicht zum Vakuum auszudrücken.

Der Brechungsindex ist ein Verhältnis zwischen zwei Geschwindigkeiten und daher dimensionslos ist. Das heißt, er ist vollständig als reine Zahl definiert, ohne Einheit.

So könnten wir zum Beispiel sagen; Brechungsindex von Wasser = 1,333.

Es ist jedoch schwierig, diese Lichtgeschwindigkeiten direkt zu messen, und Refraktometer verwenden andere Methoden zur Bestimmung des Brechungsindex.

Die Änderung der Lichtgeschwindigkeit in verschiedenen Substanzen hat zur Folge, dass sich die Richtung des Strahls ändert, wenn ein Lichtstrahl schräg von einem Stoff in einen anderen übergeht (siehe Anhang Abb. A1). Diese Abweichung wird als Refraktion bezeichnet, und die

# Refraktometrie-Fibel

Refraktion wird normalerweise als Brechungsindex gemessen und ausgewertet. Es ist daher notwendig zu verstehen, wie die Brechung stattfindet, um zu verstehen, wie die Refraktometer funktionieren.

## Brechungsindex

Die grundlegenden Prinzipien der Brechung lassen sich am besten anhand einiger einfacher Beispiele zeigen.

Abb. 1 zeigt einen Lichtstrahl, der von Luft in einen Glasblock eintritt. Die verschiedenen verwendeten Begriffe "Grenzfläche", "Normal", "Einfallswinkel", "Brechungswinkel" und "Einfallstrahl" sollten aus der Abbildung ersichtlich sein.

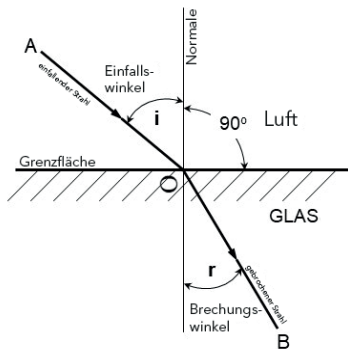


Abb. 1 Brechung: Luft zu Glas

Man betrachte einen Strahl A0, der mit einem Einfallswinkel (i) zur Normalen in den Block eintritt und dann wie gezeigt mit einem Brechungswinkel (r) gebrochen wird.

Die Ablenkung des Strahls, die "Refraktion", folgt dem sogenannten Snellius-Gesetz, das wie untenstehend definiert werden kann.

Brechungsindex (RI),

$$n = \frac{\sin i}{\sin r}$$

Wenn ein Kreis mit seinem Mittelpunkt am Punkt O gezeichnet wird (siehe Abbildung 2), sieht man, dass dies eine andere Möglichkeit ist, n auszudrücken:

$$n = \frac{a}{b}$$

In dem obigen Beispiel wurde der Durchgang eines Lichtstrahls durch eine feste Substanz, d.h. Glas, verfolgt. Die gleichen Gesetze gelten natürlich auch für Flüssigkeiten. Gerade bei diesen, und insbesondere bei Lösungen, werden Refraktometer hauptsächlich eingesetzt.

Wenn eine Substanz in einer Flüssigkeit gelöst wird, wird die Flüssigkeit dichter und eine entsprechende Änderung in ihrem Brechungsindex findet statt. Die Änderung kann über den Brechungsindex erfasst werden, da das Licht bei seinem Durchgang durch die Lösung umso langsamer wird, je größer die Dichte der Lösung ist. Da der Brechungsindex als das Verhältnis der Lichtgeschwindigkeit in der Luft zur Lichtgeschwindigkeit in der Flüssigkeit definiert ist, muss der Brechungsindex steigen.

Wenn wir genau wissen, wie sich der Brechungsindex mit der Konzentration der Flüssigkeit ändert, kann ein Diagramm oder eine Tabelle erstellt werden, die die Konzentration mit dem Index

in Beziehung setzt. Sobald diese Beziehung (Kalibrierung) hergestellt ist, kann jede unbekannte Konzentration leicht durch Messung des Brechungsindex bestimmt werden. In den meisten Fällen ist die erforderliche Kalibrierung innerhalb des Instruments selbst vorgesehen, so dass beispielsweise der prozentuale Zuckeranteil in einer Lösung direkt von einer zuvor kalibrierten Skala oder als digitale Anzeige an einem automatischen Instrument abgelesen werden kann.

In dem Beispiel von Abb. 1 wurde ein Lichtstrahl verfolgt, als er von Luft in Glas gelangte. Wir betrachten nun das Glas, bei dem ein Lichtstrahl aus einer Flüssigkeit, beispielsweise Wasser, in einen Feststoff, z.B. Glas, gelangt. Um zu sehen,

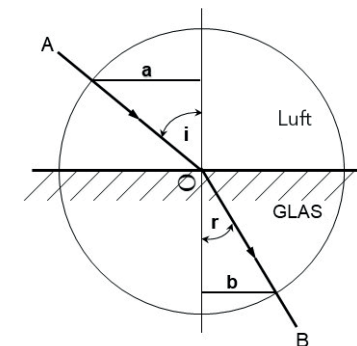


Abb. 2 Snelliussches Brechungsgesetz

# Refraktometrie-Fibel

was passiert, kehren wir zur grundlegenden Definition des Brechungsindex zurück und definieren den neuen Brechungsindex auf ähnliche Weise.

Brechungsindex (Wasser zu Glas),

$$\text{Brechungsindex (Wasser zu Glas)} = \frac{\text{Lichtgeschwindigkeit im Wasser}}{\text{Lichtgeschwindigkeit im Glas}}$$

In dieser Gleichung lässt sich die Lichtgeschwindigkeit durch den Brechungsindex ersetzen:

$$\text{Brechungsindex (Wasser zu Glas)} = \frac{\text{Brechungsindex von Glas}}{\text{Brechungsindex von Wasser}}$$

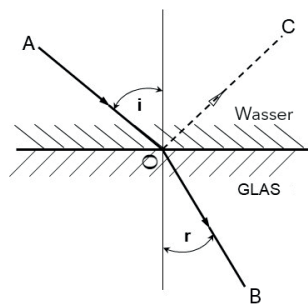


Abb. 3 Brechung: Wasser zu Glas

Bezugnehmend auf Abb. 3 und mit der Anwendung des Snellius'schen Gesetzes erhalten wir wieder:

$$\text{Brechungsindex (Wasser zu Glas)} = \frac{\sin(i)}{\sin(r)}$$

Bei der Betrachtung des Lichtdurchgangs von einem Medium in ein anderes sind folgende Punkte zu beachten:

Beim Übergang von einem Medium in ein dichteres Medium wird das Licht immer in Richtung der Normalen abgelenkt, d.h. der Winkel (i) ist immer größer als der Winkel (r).

Je größer der Brechungsindex ist, desto stärker wird das Licht an der Grenzfläche "gebogen".

Wenn in einem brechenden System die Richtung des Lichts umgekehrt wird, geht das Licht seinen ursprünglichen Weg durch die Grenzfläche zurück. Somit würde in Abb. 3 das von Punkt B entlang BO geleitete Licht entlang dem Weg OA gebrochen werden. In diesem Fall würde der Brechungsindex (Verhältnis) wie folgend invertiert.

$$n \text{ (Glas zu Wasser)} = \frac{\text{Brechungsindex (Wasser)}}{\text{Brechungsindex (Glas)}}$$

Wenn der Brechungsindex auf beiden Seiten der Grenzfläche derselbe ist, wird das Licht ohne Brechung durchgelassen.

An dieser Stelle sollen die Brechungsindizes einiger anderer Materialien genannt werden.

Der Brechungsindex der meisten Materialien (im sichtbaren Spektrum) liegt im Bereich von 1,3 bis 3,0.

Rutil	2,3/6
Diamant	2,4
Silizium	1,46
Glas	1,5 bis 1,9
Kunststoffe	1,4 bis 1,7
Flüssigkeiten	1,3 bis 2,2
Wasser	1,333
Gase	Fast 1
	(Luft $n = 1,000292$ )

Das Konzept des Brechungsindex ist nicht auf „sichtbares“ Licht beschränkt. So ist beispielsweise Germanium für Infrarotlicht transparent und weist einen Brechungsindex von 4 auf (dies bedeutet, dass

die Geschwindigkeit in diesem Material auf 1/4 seiner Geschwindigkeit in Luft herabgesetzt wird).

## Kritischer Winkel

Abb. 4 verfolgt den Weg eines Lichtstrahls von einem Medium mit dem Brechungsindex  $n_1$  in ein dichteres Medium mit dem Brechungsindex  $n_2$ .

Wie zuvor ist der relative Brechungsindex wie folgt gegeben:

$$n = \frac{n_2}{n_1}$$

und

$$n = \frac{\sin(i)}{\sin(r)}$$

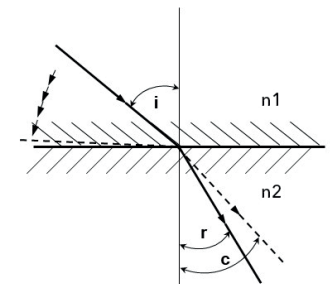


Abb. 4 Der kritische Winkel



# Refraktometrie-Fibel

Lassen Sie den Winkel (i) wie gezeigt auf 90 Grad ansteigen. Der einfallende Strahl wird dann als streifender Einfall auf die Oberfläche bezeichnet und  $\sin(i) = 1$ .

Daher

$$n = \frac{1}{\sin(r)}$$

oder

$$\sin(r) = \frac{1}{n}$$

Unter diesen Umständen wird Winkel (r) als kritischer Winkel bezeichnet und ist der maximal mögliche Brechungswinkel.

Der kritische Winkel (c) ist also gegeben durch:

$$\sin(c) = \frac{1}{n}$$

so, dass

$$n = \frac{1}{\sin(c)}$$

Aus der obigen Beziehung folgt, dass, wenn der Winkel (c) gemessen werden könnte, dies ein sehr einfaches Verfahren zum Bestimmen des Brechungsindex eines Mediums relativ zu einem anderen zur Verfügung stellen würde, wie in den folgenden Beispielen gezeigt.

*Beispiel 1:  
Licht gelangt von Luft in Glas*

Angenommen, der kritische Winkel (c) wurde gemessen und betrug 40,813 Grad

Jetzt

$$n = \frac{1}{\sin(c)}$$

und  $\sin(c) = 0,6536$

und somit  $n = 1,530$

*Beispiel 2  
Licht gelangt von Wasser in Glas*

Der Brechungsindex des Glases sei 1,6. Angenommen, der kritische Winkel (c) wurde gemessen und betrug 56,42 Grad.

Wie vorher

$$n = \frac{1}{\sin(c)}$$

aber jetzt

$$n = \frac{n_2}{n_1}$$

also

$$\frac{1}{\sin(c)} = \frac{n_2}{n_1}$$

So, dass

$$n_1 = n_2 \cdot \sin 56,42$$

$$n_2 = 1,6$$

und  $\sin 56,42 = 0,8331$

Somit ist der Brechungsindex von Wasser

$$n_1 = 1,333$$

## Refraktometer Prisma

Auf kritischen Winkelmessungen basierende Refraktometer verwenden normalerweise ein Prisma aus Glas, Siliciumdioxid, Saphir oder einem anderen geeigneten transparenten Material. Ein typisches Prisma ist in Abbildung 5 dargestellt.

Wenn das Instrument zur Bestimmung des Brechungsindex von Flüssigkeiten verwendet werden soll, kann die Flüssigkeit in einer Art Glaswandzelle oberhalb des Prismas angeordnet werden, so dass Licht unter streifendem Einfall in die Zelle und entlang der Prismenoberfläche geleitet werden kann, um den kritischen Winkel zu bilden. Damit dies geschieht, muss der Brechungsindex der Flüssigkeit niedriger sein als der des Prismas, und dies ist im Allgemeinen der Fall.

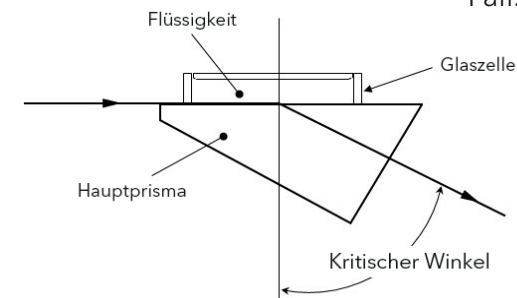


Abb. 5 Flüssigkeit auf Prisma

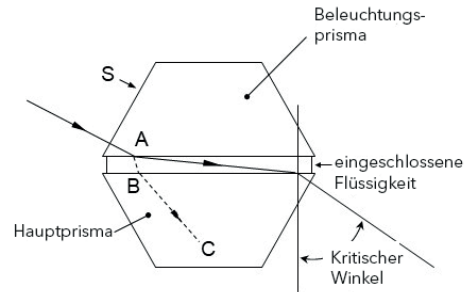


Abb. 6 Flüssigkeit zwischen zwei Prismen

Alternativ kann die zu testende Flüssigkeit in Form eines dünnen Films vorliegen, der zwischen der Prismenoberfläche und der Oberfläche eines zusätzlichen "Beleuchtungs"-Prismas eingeschlossen ist, wie in Abb. 6 gezeigt.

Das Licht wird durch das obere Beleuchtungsprisma und entlang des dünnen Flüssigkeitsfilms unter streifendem Einfall durchgelassen, um den kritischen Winkel im Hauptprisma zu bilden. Um diese Bedingung zu erfüllen, ist es wichtig zu beachten, dass der Brechungsindex des Beleuchtungsprismas höher sein muss als der der Flüssigkeit, da das Licht sonst einem Pfad wie ABC folgen würde und die Anforderung des kritischen Winkels nicht erfüllt würde.

Um die Ausbreitung des Lichts in den Film so effektiv wie möglich zu gestalten, ist es üblich, auf der unteren Kontaktfläche des oberen Beleuchtungsprismas eine Streufläche zu erzeugen. Diese Oberfläche kann durch feines Schleifen, Ätzen oder durch Formen hergestellt werden. Die streuende Oberfläche streut Licht in alle Richtungen, und ein Teil des gestreuten Lichts läuft bei streifendem Einfall entlang des Flüssigkeitsfilms, um den kritischen Winkel zu erzeugen.

Anmerkung:  
Bei häufiger Verwendung optischer Refraktometer kann die streuende Oberfläche, durch wiederholtes Reinigen über einen langen Zeitraum, weggeschliffen werden, wodurch ein deutlicher Leistungsverlust des Instruments auftritt. Um

das Instrument wieder ordnungsgemäß verwenden zu können, muss die Oberfläche erneut geschliffen werden. Um dies zu vermeiden, verwenden viele moderne industrielle Refraktometer künstliche Saphirprismen.

Es ist auch üblich, Oberflächen zu schleifen (siehe Abb. 6), um das einfallende Licht zu streuen und eine gleichmäßigere Beleuchtung zu erreichen. Aus Bequemlichkeits- und Kostengründen verwenden viele einfache Handrefraktometer eine Anordnung wie in Abb. 7 gezeigt, bei der das in Abb. 6 gezeigte obere Beleuchtungsprisma durch eine Kunststoffbeleuchtungsplatte ersetzt wird. Wieder muss das Licht in streifendem Einfall entlang des

Flüssigkeitsfilms passieren, um den kritischen Winkel zu bilden. Das einfallende Licht tritt am vorderen Ende der Platte ein, üblicherweise über eine Streufase. Aus dem bereits Gesagten ist ersichtlich, dass Licht, das wie bei (c) gezeigt, auf die obere Oberfläche der Platte fällt, im Allgemeinen keine direkte Rolle bei der Bildung des kritischen Winkels spielt.

## Teleskope

In den vorangegangenen Kapiteln wurde der kritische Winkel und seine Bedeutung bei der Bestimmung des Brechungsindex erörtert. Nun stellt sich die Frage, wie der kritische Winkel am besten gemessen werden kann. Um diese Messung

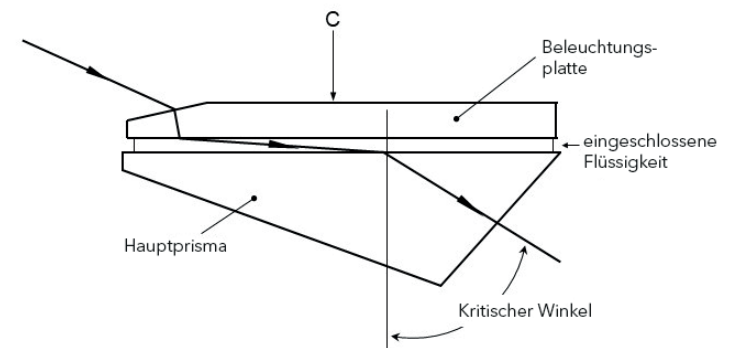


Abb. 7 Handrefraktometer mit Kunststoffbeleuchtungsplatte

# Refraktometrie-Fibel

durchzuführen, verwenden Refraktometer normalerweise eine Art Teleskopsystem.

Abb. 8 zeigt eine Linse (als Objektiv bezeichnet), die ein entferntes Objekt, vielleicht einen Stern, auf eine Skala\* fokussiert, die in der Brennebene des Objektivs angeordnet ist. Die optische Achse kann als eine Linie definiert sein, die symmetrisch durch die Mitte des Objektivs und rechtwinklig zur Skala verläuft.

Wenn das Licht vom Stern parallel zur optischen Achse in das Objektiv eintritt, wird am Punkt A ein Bild des Sterns erzeugt. Ein zweiter Stern in der Nähe des ersten Sterns würde am Punkt B ein zweites Bild erzeugen, wie in Abb. 9 gezeigt. Wenn wir die Brennweite ( $f$ ) des Objektivs und den Abstand AB kennen, kann der Winkelabstand zwischen den Sternen leicht bestimmt werden.

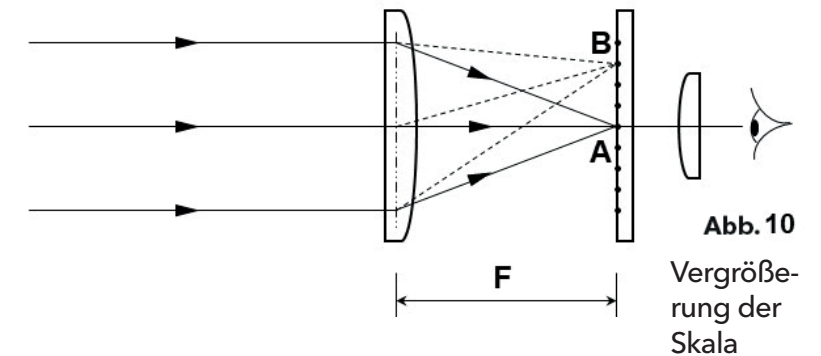
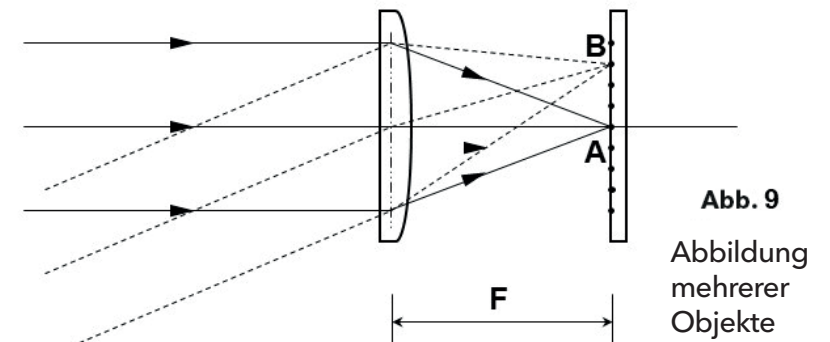
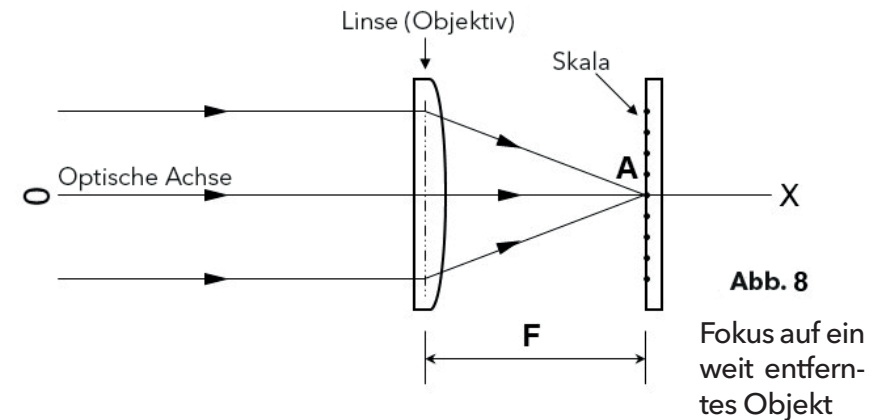
Bei weit entfernten Objekten (der Abstand ist im Vergleich zum Objektivdurchmesser sehr groß), tritt Licht von jedem Punkt des Objekts als nominell

paralleler Strahl in das Objektiv ein, wodurch ein Punktbild auf der Skala entsteht.

Mit anderen Worten, jeder scharf definierte Bildpunkt auf der Skala ist das Ergebnis eines parallelen Lichtstrahls, der aus einer bestimmten Richtung in das Objektiv eintritt. Wenn das entfernte Objekt näher an das Objektiv herangefahren wird, verursachen Punkte auf dem Objekt einen nicht parallelen Lichtstrahl, der in das Objektiv einfällt, und erzeugen keinen scharf definierten Bildpunkt. Das heißt, das Bild ist unscharf.

Indem wir die Position von scharf definierten Punkten auf der Skala notieren, können wir die Richtung der einfallenden Strahlen parallelen Lichts bestimmen.

Die Skala würde normalerweise unter einer Vergrößerung betrachtet, die durch eine Linse oder ein Okular bereitgestellt wird, die vor der Skala angeordnet sind, wie in Abb. 10 gezeigt. Eine Anordnung von Objektiv und Okular bildet, wie beschrieben, ein Teleskop.



# Refraktometrie-Fibel

Anm.:Die obigen Ausführungen beziehen sich speziell auf visuelle Instrumente im Gegensatz zu automatischen Instrumenten. Im letzteren Fall würde die Skala durch eine Art elektronisches Erkennungssystem ersetzt.

\* SKALA. Dies ist ein Muster aus feinen Linien, Ziffern usw. in der Art eines Lineals, das auf die Oberfläche einer Glasscheibe geätzt wird, die als Substrat bezeichnet wird. Das Substrat mit seiner Skala stellt ein Fadenkreuz dar (siehe Abb. 12).

## Refraktometer: Grundkonzept

Die wesentlichen Elemente eines Basisrefraktometers wurden nun beschrieben. Diese Elemente sind in Abb. 11 zusammengefügt dargestellt, um ein vollständiges Instrument zu bilden, das aus einem Prismensystem und einem Teleskop besteht. Das Teleskop ist so eingestellt, dass „paralleles“ Licht auf die Skala fokussiert wird.

Nur Licht, das das Prismensystem mit Winkeln KLEINER dem kritischen Winkel verlässt, kann die Grenzfläche passieren. Es können keine Strahlen wie bei A gezeigt vorhanden sein,

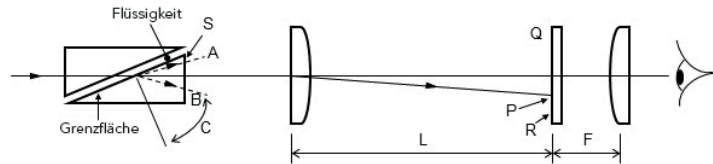


Abb. 11 Basisrefraktometer

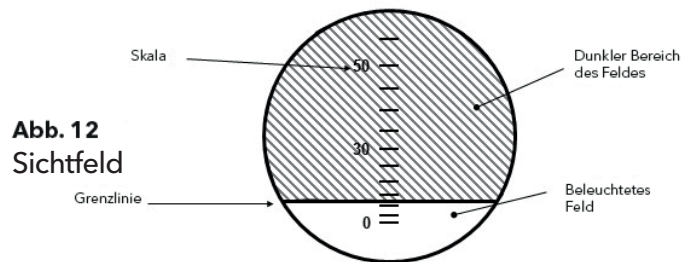


Abb. 12  
Sichtfeld

die die Grenzfläche in einem größeren Winkel als dem kritischen Winkel verlassen.

Der Strahl B und alle Strahlen parallel zu B dringen also in das Teleskop ein und bilden am Punkt P ein Bild auf der Skala. In den Bereich PQ dringt kein Licht, jedoch in den Bereich PR. Daraus folgt, dass es durch die Augenlinse einen abrupten Übergang von dunkel zu hell auf die Skala gibt. In der Praxis wird etwas zusätzliches Licht eingeführt, um im dunklen Teil des Feldes ausreichend Beleuchtung zu erzeugen, damit der Maßstab in diesem Bereich gesehen und gelesen werden kann.

Abbildung 12 zeigt das Aussehen des Sichtfelds. Die Grenze zwischen hell und dunkel wird hier als Grenzlinie bezeichnet und ihre Position hängt von dem kritischen Winkel ( $c$ ) ab. Dieser wiederum wird durch den Brechungsindex der Flüssigkeit und den Brechungsindex des Prismas bestimmt.

Der Brechungsindex des Prismas bleibt natürlich konstant, aber der Brechungsindex der Flüssigkeit hängt von der

Art der Flüssigkeit und ihrer Konzentration ab. Somit kann die Skala direkt hinsichtlich des Brechungsindex kalibriert werden. Skalen können jedoch anhand vieler anderer Parameter kalibriert werden - siehe Anhang.

In dem gezeigten Prismensystem tritt eine gewisse Abweichung der Lichtstrahlen aufgrund der Brechung auf, wenn das Licht die mit S markierte Oberfläche passiert. Dies wird beim Kalibrieren der Skala berücksichtigt.

## DURCHLICHT- & REFLEXIONSMODI

Bisher wurden Prismensysteme untersucht, bei denen das Licht durch die Flüssigkeitsmenge und von dort durch das Prisma gesendet wird. Diese Arbeitsweise wird hier als Durchlichtsmodus bezeichnet. Es gibt jedoch eine andere Betriebsart, die ebenfalls auf dem kritischen Winkel basiert und hier als Reflexionsmodus bezeichnet wird. Betrachten Sie das in Abbildung 13 dargestellte Prisma. Hier befindet sich die getestete Flüssigkeit in

# Refraktometrie-Fibel

einer Zelle und steht in Kontakt mit der oberen Oberfläche des Prismas. Wieder wird angenommen, dass der Brechungsindex der Flüssigkeit geringer ist als der des Prismas, was normalerweise der Fall ist.

(i) sei der Einfallswinkel eines Strahls AB, der entlang eines Wegs BF unter einem Brechungswinkel ( $r$ ) gebrochen wird. Wenn ( $i$ ) erhöht wird, steigt auch ( $r$ ) und der Wert wird durch das Snellius'sche-Gesetz bestimmt.

Wenn der Winkel ( $r$ ) 90 Grad beträgt (siehe Abb. 14), wird der Winkel ( $i$ ) zum kritischen Winkel ( $c$ ). Wenn der Einfallswinkel größer als ( $c$ ) wird, verschwindet der gebrochene Strahl BF vollständig, und stattdessen wird das Licht entlang BD vollständig intern reflektiert (siehe Abb. 15). Wenn Licht auf diese Weise reflektiert wird, wird KEIN Licht über die Grenzfläche übertragen. Abb. 13 zeigt den Zustand, in dem der Winkel ( $i$ ) kleiner als der kritische Winkel ist und das Licht an der Grenzfläche entlang BF gebrochen wird. Dieser Richtung folgt jedoch nicht das ganze Licht. Etwas

Licht wird an der Grenzfläche entlang BE reflektiert. Da ein Teil des Lichts entlang BF verloren geht, muss die Intensität des Lichts entlang BE geringer sein als die des einfallenden Lichts entlang AB.

Dieser Zustand setzt sich fort, wenn ( $i$ ) von Null bis zu dem kritischen Winkel erhöht wird, an dem der Strahl BF verschwindet, wie in Abb. 15 gezeigt, und der reflektierte Strahl BD die gleiche Intensität wie das einfallende Licht annimmt. Wenn der Winkel ( $i$ ) von dem kritischen Winkel ( $c$ ) auf bis zu 90 Grad erhöht wird, wird das gesamte einfallende Licht weiterhin verlustfrei reflektiert.

An dieser Stelle ist anzumerken, dass bei der oben beschriebenen Reflexionsartweise unabhängig von dem Wert von ( $i$ ) immer etwas Licht von der Grenzfläche reflektiert wird.

Anm.: In Abb. 13 wurde der Einfachheit halber keine Brechung der in die untere Oberfläche des Prismas eintretenden oder aus dieser austretenden Strahlen gezeigt.

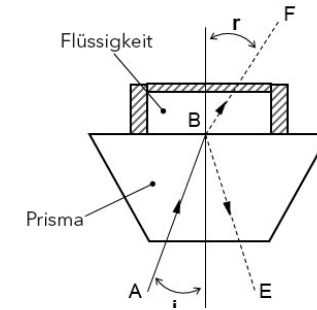


Abb. 13  
Einfallswinkel <math>< </math> Kritischer Winkel

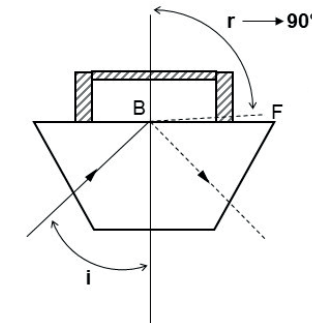


Abb. 14  
Einfallswinkel = Kritischer Winkel

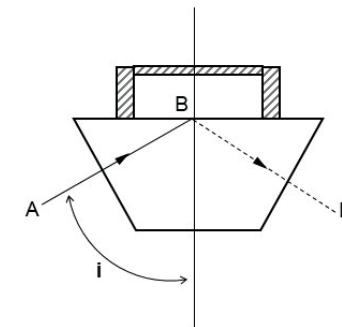


Abb. 15  
Einfallswinkel > Kritischer Winkel  
Totalreflexion

# Refraktometrie-Fibel

Die Abbildungen 13, 14 und 15 zeigen alle die Probenflüssigkeit innerhalb einer Zelle. Die Flüssigkeit kann jedoch auch in Form eines dünnen Films vorliegen, der zwischen zwei Prismen eingeschlossen ist, wie in Abb. 6 gezeigt.

Abb. 16 zeigt, wie der Reflexionsmodus in dem, in Abb. 11 dargestellten, Basisinstrument verwendet werden kann. Wenn das Licht entlang dem Weg AB unter einem Einfallswinkel, der größer als der kritische Winkel ist, in das Prisma eintritt, so wird es entlang BC reflektiert und der Bereich der Skala PQ hell beleuchtet. Wenn das einfallende Licht unter einem Einfallswinkel kleiner als der kritische Winkel in das Prisma eintritt, wird der Bereich PR beleuchtet, jedoch mit geringerer Intensität.

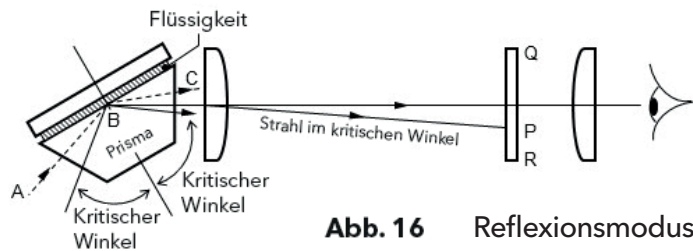


Abb. 16 Reflexionsmodus

Abb. 17 zeigt das Aussehen des Sichtfeldes bei Verwendung des Reflexionsmodus. Wie beim Durchlichtmodus ist das Feld in zwei Bereiche unterteilt, einen hellen und einen dunklen Bereich, die die Grenzlinie definieren. Da die Position der Grenzlinie auf der Skala in beiden Fällen durch den kritischen Winkel bestimmt wird, ist ihre Position unabhängig vom verwendeten Modus gleich. Anzumerken ist, dass in den beiden Modi die Felder umgekehrt sind, das heißt, die hellen und dunklen Zonen werden ausgetauscht.

Der signifikanteste Unterschied besteht jedoch im Kontrast zwischen den hellen und dunklen Bereichen der Felder in den beiden Modi. Im Falle des Reflexionsmodus erhalten alle Bereiche des Feldes etwas Licht, und dieses Licht

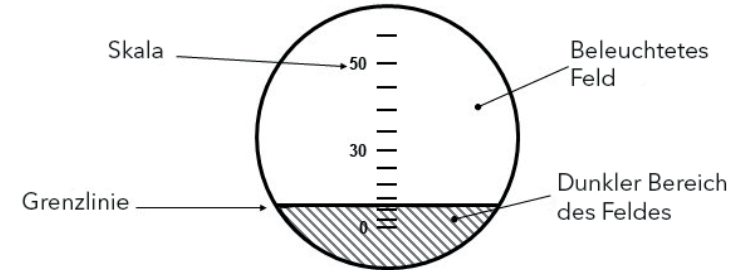


Abb. 17 Aussehen des Sichtfeldes im Reflexionsmodus

verringert den Kontrast zwischen den beiden Teilen des Feldes. Folglich ist der verfügbare Kontrast im Sichtfeld bei dem Reflexionsmodus immer schlechter als derjenige, der mit dem Durchlichtmodus erreichbar ist, bei dem der dunkle Bereich unter geeigneten Bedingungen, falls gewünscht, schwarz erscheinen kann.

## Grenzlinien-Qualität und Kontrast

Refraktometer bestimmen die Position der Grenzlinie. Wenn die Grenzlinie schlecht definiert ist, führt dies zu einem Messfehler. Daher ist es wichtig, die Faktoren zu berücksichtigen, die die Qualität der Grenze beeinflussen.

## Grenzlinien-Qualität: Transmissionsmodus

Abbildung 18 zeigt zwei Prismen, zwischen denen ein Flüssigkeitsfilm eingeschlossen ist. Um den für die Messung des Brechungsindex erforderlichen kritischen Winkel zu erhalten, ist es wesentlich, dass das Licht bei streifendem Einfall den Film entlangläuft. Dies ist theoretisch nur möglich, wenn der Film eine Dicke von Null hat, so dass der Strahl DE parallel zur Prismenoberfläche liegt. Die endliche Dicke des Films führt zu einem Fehler, der manchmal als "shielding error" bezeichnet wird und eine Funktion der Dicke ( $T$ ) des Flüssigkeitsfilms ist.

# Refraktometrie-Fibel

Bei Betrachtung von Abbildung 18 wird offensichtlich, dass für eine gegebene Dicke des Films ( $T$ ) der Wert von  $(i)$  von der Entfernung  $DE$  abhängt. Je kleiner  $DE$  wird, desto stärker wird die Abgrenzung herabgesetzt. Dies setzt eine praktische Mindestgrenze für die Größe des Prismas.

Eine schlecht kontrollierte Filmdicke ist eine Fehlerquelle bei Refraktometern, die den Durchlichtmodus verwenden, und tritt manchmal bei einfachen Instrumenten mit Kunststoffbeleuchtungsplatten auf, wenn diese Platten deformiert werden.

Der Fehler aufgrund dieser Ursache wird reduziert, wenn  $(T)$  reduziert wird. Ein anderes Problem tritt jedoch auf, wenn  $(T)$  zu stark reduziert wird. Lichtstrahlen innerhalb des

Films werden zwischen den beiden Prismenoberflächen hin und her reflektiert, und wenn sich die Filmdicke verringert, werden diese Strahlen annähernd parallel und es tritt ein als Interferenz bekanntes Phänomen auf.

Das Ergebnis ist, dass das Sichtfeld von einer Reihe von Interferenzstreifen gekreuzt wird, wie in Abb. 19 gezeigt, und diese Randstreifen verschleiern die Grenzlinie. Bis zu einem gewissen Grad kann die Situation verbessert werden, indem auf dem oberen Beleuchtungsprisma eine Streufläche ( $S$ ) vorgesehen wird.

Infolge der zwei entgegengesetzten Einschränkungen ist ein Kompromiss in der Filmdicke erforderlich, und bei vielen optischen Instrumenten ist die

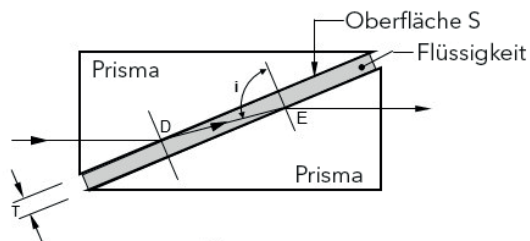


Abb. 18 Flüssigkeitsfilm zwischen zwei Prismen

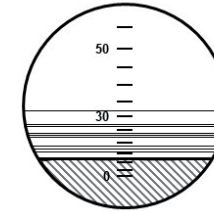


Abb. 19 Interferenzstreifen

Probendicke auf etwa 0,038 mm eingestellt, wobei die Länge des Prismas im Bereich von etwa 30 mm liegt.

#### Hinweis:

Bei digitalen Refraktometern, die im Reflexionsmodus arbeiten, ist die Probendicke weniger kritisch, muss jedoch so tief sein, dass interne Reflexion vom Luftaustritt der Probe nicht in den Detektor reflektiert wird. Aus diesem Grund wird häufig eine Probentiefe von 3 mm vorgeschlagen.

## Absorption von Licht im Flüssigkeitsfilm

Aus Abb. 18 ist ersichtlich, dass das die Grenzlinie bildende Licht den Film entlang passieren muss, bevor es in das untere Prisma eintritt. Dies kann ein Abstand von meh-

reren Zentimetern sein, und wenn die Flüssigkeit gefärbt oder trüb ist, kommt es zu einem starken Lichtverlust, und der Grenzlinienkontrast kann gestört sein oder in einigen Fällen ganz verloren gehen. Bei Instrumenten, die eine Beleuchtungsplatte wie in Abbildung 7 verwenden, tritt das meiste Licht, das die Grenzlinie bildet, nicht in der Richtung  $(C)$  in die Platte ein, sondern über die Abschrägung am Ende der Platte. (Eine kleine Menge Licht, die in Richtung  $(C)$  eintritt, kann jedoch innerhalb der Platte gestreut werden und schließlich ihren Weg entlang des Films finden und einen kleinen Beitrag zur Feldbeleuchtung leisten).

## Vorteile & Nachteile des Reflexionsmodus

### Vorteil - Farbige Proben

Es ist nicht erforderlich, dass das Licht durch die Probe tritt, wo es absorbiert würde. Daher eignet sich dieser Modus eher für stark gefärbte oder trübe Materialien.

## Vorteil - Dicke des Proben-Films

Wenn der Arbeitsbereich des Prismas vom Probenmaterial bedeckt wird, ist die tatsächliche Dicke des Films nicht wichtig. Das Instrument kann erforderlichenfalls ohne Beleuchtungsprisma oder -platte arbeiten und kann daher mit sehr viskosen, klebrigen oder klumpigen Materialien umgehen.

## Vorteil - Prismengröße

Im Fall des Durchlichtmodus ist aus Abb. 18 ersichtlich, dass die Länge des Films im Vergleich zu seiner Dicke lang sein muss, um die Lichtstrahlen so parallel wie möglich zur Prismenoberfläche zu führen. Diese Anforderung gilt nicht für den Reflexionsmodus, so dass das Prisma kleiner sein kann und nur mit einer kleinen beleuchteten Fläche arbeiten kann. Dies ist besonders wichtig, wenn Prismen aus teuren Materialien wie synthetischem Saphir hergestellt werden müssen.

## Vorteil - Instrumente mit eingebauter Lichtquelle

Der Reflexionsmodus ist besonders für Instrumente geeignet, bei denen es wünschenswert ist, eine feste interne Lichtquelle zu verwenden, die weniger zu einer zufälligen Störung durch den Bediener neigt.

## Vorteil - Anforderungen an die Lichtquelle

Im Reflexionsmodus wird die Lichtfläche des Feldes durch Totalreflexion mit minimalem Lichtverlust erzeugt, so dass eine Quelle mit geringerer Intensität verwendet werden kann. Dies hat mehrere Vorteile, insbesondere bei automatischen Instrumenten. Eine kostengünstige, aber zuverlässige Quelle mit geringem Stromverbrauch, wie z. B. eine LED, kann in dem Instrumentengehäuse untergebracht werden, ohne dass es zu einer übermäßigen Wärmeableitung kommt.

## Nachteile des Reflexionsmodus

Wie zuvor erörtert, ist der Feldkontrast an der Grenzlinie normalerweise geringer, wenn der Reflexionsmodus verwendet wird, als der, der mit dem Durchlichtmodus erreichbar ist. Wenn die Grenzlinie scharf ausgebildet ist, ist dies bei automatischen Instrumenten akzeptabel, da elektrooptische Detektionssysteme extrem kleine Unterschiede im Lichtpegel erkennen können. Bei visuellen Instrumenten wird jedoch normalerweise ein höherer Kontrast bevorzugt, und diese Instrumente arbeiten normalerweise mit dem Durchlichtmodus. Ausnahmen hiervon treten gelegentlich bei Instrumenten mit großem Messbereich auf (d.h. Instrumente, die zur Messung eines hohen Brechungsindex ausgelegt sind). Diese Instrumente werden häufig mit Probenmaterialien verwendet, die farbig, sehr viskos oder klumpig sind.

## Beispiele für Instrumente, die den Reflexionsmodus verwenden

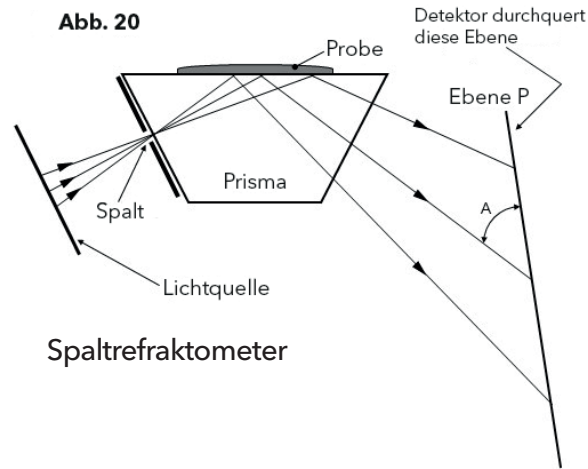
Im Folgenden werden zwei Refraktometer beschrieben, die die praktische Anwendung des Reflexionsmodus veranschaulichen.

### Spaltrefraktometer

Das Spaltrefraktometer, gezeigt in Abb. 20, ist insofern ungewöhnlich, als kein Teleskopsystem verwendet wird. Stattdessen wird die Eintrittsfläche des Prismas mit Ausnahme eines schmalen Schlitzes ausgeblendet, durch den das Licht von einer ausgedehnten Quelle in der Nähe des Prismas durchgelassen wird. In dieser Anordnung, die in mancher Hinsicht wie eine Lochkamera funktioniert, werden keine Objektive verwendet. Wenn keine Linse vorhanden ist, gibt es keine Brennebene, in der die Grenzlinie abgebildet werden kann.

Bei dieser Anordnung kann die Grenzlinie in einer Ebene liegen oder auf einem Bildschirm beobachtet werden, der an einer beliebigen Stelle im





Spaltrefraktometer

Strahl der divergenten Strahlen angeordnet ist, die aus der Prismenaustrittsfläche austreten. Der Bildschirm muss auch nicht senkrecht zum mittleren Strahl stehen, sondern kann schräg zum Strahl eingestellt werden, wie im Diagramm angegeben.

Dieses spätere Merkmal ist bei dieser Art von Instrument von besonderer Bedeutung. Es ist später ersichtlich, dass die Winkelausdehnung der Strahlen, die das Prisma verlassen, keine lineare Funktion des Brechungsindex der auf der Prismenoberfläche angeordneten Probenmaterialien ist. Durch Neigen der Ebene P in einem geeigneten Winkel zum

Strahl ist es möglich, diese Nichtlinearität weitgehend zu kompensieren und somit eine kalibrierte Skala zu liefern, die im Wesentlichen fehlerfrei ist.

Bei dem obigen optischen System gibt es einen großen Lichtverlust, der durch den engen Spalt verursacht wird, durch den das Licht hindurchtreten muss, folglich ist die Anordnung nicht für visuelle Instrumente geeignet. Das niedrige Lichtniveau ist jedoch kein Problem, wenn ein fotoelektrischer Detektor verwendet wird. In diesem Fall würde der Detektor entlang der Ebene (P) verfahren, um die Grenzlinie zu lokalisieren. Eine solche Anordnung bildete

die Grundlage für das erste kommerziell erfolgreiche automatische Refraktometer, das RFM80, hergestellt von Bellingham + Stanley.

## Refraktometer basierend auf Fotodioden-Arrays

Dieses Instrument ist ein weiteres Beispiel für ein Refraktometer, das normalerweise im Reflexionsmodus arbeitet. Ein Fotodiodenarray besteht aus einer linearen Kette von kleinen, dicht beieinander liegenden, lichtempfindlichen Elementen, die auf einem Siliziumchip gebildet sind. Normalerweise ist das Array an einen eingebauten Timer gekoppelt, mit der die Ausgänge nacheinander abgetastet und bewertet werden können. Eine solche Anordnung ist bekannt

als selbst gescanntes Array. Wenn ein Grenzlinien-Bild auf ein solches Array fokussiert wird, kann die Position der Grenzlinie auf dem Array durch die Anzahl und Position der durch Licht aktivierten Elemente bestimmt werden.

Abbildung 21 zeigt ein typisches Prisma mit einem Probenmaterial auf seiner oberen Oberfläche. Das Gerät arbeitet normal im Reflexionsmodus. Eine Lichtquelle liefert einen divergierenden Strahl, der nach seinem Durchgang durch das Prisma von einem Objektiv auf das Fotodiodenarray fokussiert wird.

Im Gegensatz zu dem zuvor beschriebenen Spaltrefraktometer wird die Anordnung senkrecht zur Mitte des Lichts

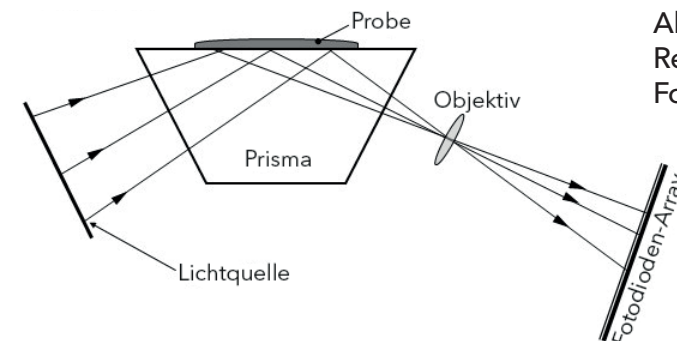


Abb. 21 Refraktometer mit Fotodioden-Array

# Refraktometrie-Fibel

eingestellt, und die zur Kompensation der Nichtlinearität erforderliche Kalibrierung wird auf elektronischem Wege durchgeführt.

## FARBSAUM AN DER GRENZLINIE

Zu Beginn wurde der Brechungsindex einer Substanz als das Verhältnis definiert:

$$\frac{\text{Lichtgeschwindigkeit im Vakuum}}{\text{Lichtgeschwindigkeit in einer Substanz}}$$

Nun hängt die Lichtgeschwindigkeit in jedem Stoff nicht nur von der Art des Stoffes ab, sondern auch von der Farbe (Wellenlänge) des verwendeten Lichts. Daraus folgt, dass der Brechungsindex auch eine Funktion der Wellenlänge ist und immer mit der bei seiner Bestimmung verwendeten Wellenlänge verknüpft sein muss.

Die Wellenlängen des Lichts werden in Nanometer [nm],  $10^{-9}$  Meter, angegeben. Bisher und der Einfachheit halber wurde nur Licht einer Farbe

(monochromatisches Licht) in Betracht gezogen, jedoch müssen die Auswirkungen der Wellenlänge der Lichtquelle bei der Konstruktion und Verwendung aller Refraktometer berücksichtigt werden. (Siehe auch Abbildung 4).

Es wurde gezeigt, dass der kritische Winkel vom Brechungsindex zwischen zwei verschiedenen Medien abhängt. Wenn das einfallende Licht aus mehreren verschiedenen Wellenlängen besteht, gibt es für jede Wellenlänge einen separaten kritischen Winkel, und ein unter diesen Bedingungen arbeitendes Instrument würde mehrere Grenzlinien aufweisen, wobei jede Grenzlinie einer bestimmten Wellenlänge entspricht.

Wenn das einfallende Licht weiß wäre, würde die Grenzlinie in die Länge gezogen, um eine Art Spektrum zu bilden, das aus allen einzelnen Farben des einfallenden Lichts besteht. Diese Ausbreitung des Lichts entsprechend den Wellenlängen seiner Komponenten wird als Dispersion bezeichnet und ist in Abb. 22 dargestellt. Es ist zu erkennen,

dass die kürzeren Wellenlängen des Spektrums (violett) an der Grenzfläche stärker gebrochen werden als die längeren (roten) Wellenlängen.

## Dispersion

Es ist zweckmäßig, eine Definition der Dispersion zu haben, damit verschiedene Materialien verglichen werden können.

Zu diesem Zweck werden normalerweise drei Brechungsindexmessungen bei speziell ausgewählten Wellenlängen durchgeführt, die drei Linien mit ausreichendem Abstand im Spektrum entsprechen. Die üblicherweise ausgewählten Wellenlängen sind wie folgt:

- $n_D$  Für Natrium gelbes Licht bei Wellenlänge 589 nm
- $n_F$  Für Wasserstoff blaues Licht bei Wellenlänge 486 nm
- $n_C$  Für Wasserstoff rotes Licht bei Wellenlänge 656 nm

Die Dispersionskraft des Materials wird dann definiert als:

$$W = \frac{(n_F - n_C)}{(n_D - 1)}$$

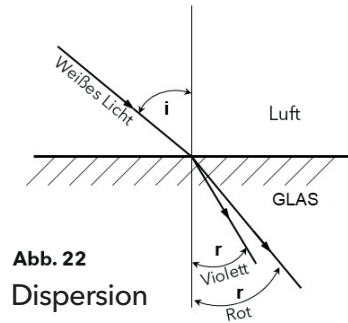


Abb. 22  
Dispersion

Ein häufig verwendetes Dispersionsmaß ist als Abbe-V-Zahl bekannt und ist der Kehrwert von (W) oben, so dass

$$V = \frac{(n_D - 1)}{(n_F - n_C)}$$

## Dispersion in der Probe - Effekt auf die Grenzlinie

Der praktische Effekt der Dispersion im Probenmaterial ist, dass die Grenzlinie nicht mehr eine klar definierte Grenze zwischen einem hellen und einem dunklen Bereich des Feldes ist, sondern eine farbige Zone, deren Position nicht genau bestimmt werden kann.

Zur Erzeugung einer genau definierten Grenzlinie müssen Maßnahmen ergriffen werden, um alle unerwünschten Farben von der Grenzlinie so weit wie möglich zu entfernen, und es gibt mehrere Möglichkeiten, dies zu erreichen.

Es wäre ein offensichtlicher Vorteil, wenn alle Brechungsindexmessungen auf einige Standardwellenlängen und vorzugsweise auf eine einzige universell vereinbarte Wellenlänge bezogen werden.

Wenn weißes Licht, wie beispielsweise Sonnenlicht, wie in Abb. 22 gebrochen oder durch ein Prisma wie in Abb. 24 geleitet wird, bilden die gebrochenen Komponenten ein Muster aus aufeinanderfolgenden Farben (Wellenlängen).

Dieses Wellenlängenspektrum ist im Fall von weißem Licht ein kontinuierliches Band, das alle Wellenlängen umfasst.

## Spektralquellen - Entladungslampen, Bogenlampen, Laser

Einige Lichtquellen emittieren jedoch Licht nicht als kontinuierliches Spektrum, sondern als schmale Bänder oder "Linien" im Spektrum. Diese Linien entsprechen festen Wellenlängen und sind den chemischen Elementen in der Lichtquelle selbst eigen. Solche Spektrallinien variieren nie in ihren Wellenlängen und werden als Standards verwendet.

Eine Anzahl empfohlener Standardwellenlängen wird von Gasentladungslampen abgeleitet, die als Lichtquellen verwendet und als Spektralquellen bezeichnet werden. Das Licht dieser Lampen wird im Allgemeinen dadurch erzeugt, dass ein elektrischer Strom durch den Dampf eines bestimmten chemischen Elements geleitet wird und sein charakteristisches Spektrum abgibt.

Für die Refraktometrie werden Entladungslampen empfohlen, die auf Helium, Wasserstoff, Kalium, Quecksilber und Natrium basieren. Die Empfehlung

der International Commission of Optics gilt für die Verwendung der Heliumlinie der Wellenlänge 587,6 nm.

„Natriumlicht“ ist jedoch eine leicht verfügbare und kostengünstige monochromatische Quelle und wird daher in vielen wissenschaftlichen Methoden als Standard bezeichnet.

Natriumlicht wird von zwei eng beieinander liegenden Spektrallinien der Wellenlängen 589,0 und 589,6 nm abgeleitet. Wo Zahlen für den Mittelwert dieses Natrium-„Doublets“ angegeben sind, wird die Wellenlänge als 589,3 nm angenommen und der auf dieser Wellenlänge basierende Brechungsindex wird mit  $[D]$  oder  $[n_D]$  bezeichnet.

Laser, die eine zuverlässige energieeffiziente Quelle für stark monochromatisches Licht darstellen, werden häufig verwendet und erweitern die Wahl der Wellenlänge.

Es ist jedoch wichtig zu wissen, dass die Quelle ein Laser ist und ein ernstes optisches Risiko für das Sehvermögen des Benutzers darstellen kann. Es

ist auch zu beachten, dass das Licht polarisiert wird und dies zu besonderen Effekten führen kann, die bei anderen Quellen nicht auftreten.

Manchmal ist es notwendig, eine bestimmte Linie in dem von einer Spektralquelle emittierten Spektrum zu isolieren. Dies geschieht üblicherweise durch einen Farbfilter mit den geeigneten Absorptionseigenschaften, um nicht erwünschte Teile des Spektrums zu entfernen. Somit wird nur ein schmales Band des Spektrums übertragen.

Die Verwendung von nahezu monochromatischem Licht einer vereinbarten nominellen Wellenlänge überwindet nicht nur Farbprobleme im Refraktometer, sondern ermöglicht auch die Standardisierung des Referenzindex aller Arten von Feststoffen und Flüssigkeiten sowie Konzentrationen von Flüssigkeiten.

## Refraktometer mit einer weißen Lichtquelle

Spektralquellen, die in der Lage sind, monochromatisches Licht bereitzustellen, wie Gasentladungslampen, sind

# Refraktometrie-Fibel

normalerweise sperrig und unbequem zu verwenden, und wo es möglich ist, werden an visuellen Instrumenten andere Verfahren zur Überwindung des Farbproblems eingesetzt, die die Verwendung von weißen Lichtquellen ermöglichen.

## Prisma-Design

Farbe entsteht an der Grenzfläche Probe / Prisma aufgrund der Auswirkungen der Dispersion innerhalb der Probe und innerhalb des Materials des Prismas, wie bereits erörtert wurde.

Die Farben des gebrochenen Lichtstrahls werden sichtbar, wenn das Licht aus der Austrittsfläche des Prismas austritt. Je nach den Werten für die Winkel [A] und [S] in Abb. 23 ist die Farbbildung unterschiedlich stark.

Zusammenfassend gibt es mehrere Parameter, die die Farbe an der Grenzlinie beeinflussen.

1. Dispersion des Lichts innerhalb der Probe
2. Dispersion des Lichts im Material des Prismas
3. Winkel [A]
4. Winkel [S]
5. Brechungsindex des Prismenmaterials

Bei bestimmten Instrumenten und innerhalb der Grenzen können die Parameter 2 bis 5 optimiert werden, um den an der Grenze sichtbaren Farbsaum zu minimieren. Die Manipulation dieser Parameter ist im Wesentlichen ein Kompromiss, da Abweichungen in der Dispersion der Probe nicht berücksichtigt werden können. Trotzdem können für viele

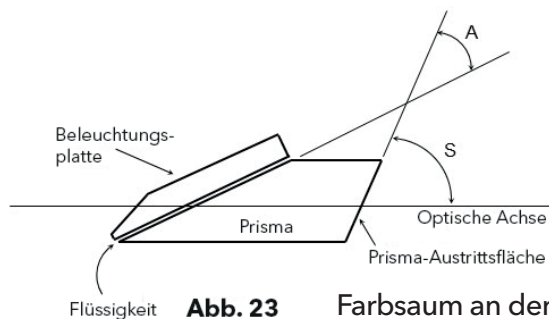


Abb. 23

Farbsaum an der Grenzlinie

Instrumente, insbesondere für Handmodelle mit eingeschränktem Messbereich, sehr akzeptable Ergebnisse erzielt werden.

## Farbfilter

Es gibt einige Flüssigkeiten, die trotz aller oben genannten Manipulationen an der Grenzlinie Farbe erzeugen. Manchmal können keine Prismenmaterialien mit den richtigen optischen Eigenschaften für einen bestimmten Instrumentenbereich gefunden werden. In solchen Fällen kann eine Verbesserung durch Einführen eines Farbfilters in das Instrument erreicht werden. Auch hier ist ein Kompromiss erforderlich.

## Weißlichtquellen

Optische Handrefraktometer können auf jede geeignete erweiterte Quelle für diffuses weißes Licht wie den Himmel oder ein weißes Blatt Papier gerichtet werden. Gute Ergebnisse werden normalerweise mit einer Glühlampe mit Streulicht (Perle, Opal usw.) erzielt, wie sie normalerweise in einer Tischlampe verwendet wird. Einige visuelle Instrumente (Abbe-Typ) enthalten eine

eingebaute oder aufgebaute Lichtquelle. Diese Anordnung vermeidet die Notwendigkeit, eine externe Quelle einzurichten. Gleichermaßen gute und häufig bessere Ergebnisse können von einer sorgfältig eingestellten externen Quelle wie der oben angegebenen erhalten werden. Eine solche externe Quelle ist nicht durch die Notwendigkeit begrenzt, sowohl Größe als auch Verlustleistung zu begrenzen. Bei Verwendung des Reflexionsmodus muss die Lichtquelle sorgfältig eingestellt und die Intensität stark reduziert werden, z. B. durch Distanzieren der Quelle oder durch Verwendung des internen Lichtverschlusses bei Abbe-Refraktometern, sofern dies vorgesehen ist. Diese Einstellung ist notwendig, um den besten Feldkontrast zu erhalten, der bei Verwendung des Reflexionsmodus in der Regel schlecht ist. Es können verschiedene Arten von externen Quellen verwendet werden. Wenn eine steuerbare Quelle für weißes Licht hoher Intensität benötigt wird, wird manchmal eine Beleuchtungseinrichtung für Mikroskope verwendet.

# Refraktometrie-Fibel

## Geradsichtprisma

Abbildung 24 zeigt ein Prisma, das üblicherweise im Spektrometer verwendet wird. Dieses Prisma streut weißes Licht in seine Spektralfarben. In einem solchen Prisma werden alle einfallenden Strahlen von ihrer ursprünglichen Richtung abgelenkt (in der Figur mit X markiert). Alle abgelenkten Strahlen liegen jedoch auf einer Seite der Richtung X. Die roten Strahlen folgen dem Pfad (R) und die violetten Strahlen dem Pfad (V).

Angenommen, wir interessieren uns besonders für einen gelben Strahl mit einer bestimmten Wellenlänge (Y). Der Winkel (D) repräsentiert dann die durch das Prisma verursachte Abweichung für diese bestimmte Wellenlänge. Die Größe des Winkels (D) hängt vom Einfallswinkel des weißen Lichts, vom Winkel (A) des Prismas und vom Brechungsindex des Prismas für diese Wellenlänge ab.

Abbildung 25 zeigt zwei Prismen, die zusammen in Reihe arbeiten. Wenn die Prismen identisch wären, würde die

Abweichung eines Strahls durch das erste Prisma vollständig durch die Abweichung im zweiten Prisma kompensiert werden und es würde keine Gesamtabweichung des Strahls geben.

Es ist jedoch möglich, Prismenmaterialien mit unterschiedlichen Dispersionskräften auszuwählen, so dass eine Gesamtdispersion durch das Verbundprisma erzeugt wird. Durch eine geeignete Kombination von Prismenwinkeln [A1 und A2] kann das zusammengesetzte Prisma außerdem zulassen, dass eine beliebige ausgewählte Wellenlänge (Y) ohne Abweichung durchläuft, während gleichzeitig alle anderen Strahlen abgelenkt werden. Das Prisma ist als Geradsichtprisma (DV-Prisma#9) bekannt.

Die Abbildung zeigt ein Geradsichtprisma, das aus zwei Elementen besteht. Wenn ein stärkeres Prisma benötigt wird, werden manchmal drei oder mehr Elemente verwendet.

Abb. 26 zeigt ein Refraktometerprisma mit roten und violetten Strahlen, die dazu

bestimmt sind, eine Grenzlinie zu bilden. Aufgrund der Streuung dieser Strahlen zeigt die Grenzlinie Farbe. Wenn jedoch ein DV-Prisma mit den gleichen Dispersionseigenschaften eingefügt wird, siehe Abb. 27, werden bei richtiger Ausrichtung des Geradsichtprismas, die beiden Dispersionen aufgehoben und die Farbe der Grenzlinie verschwindet. In diesem Fall wird die Grenze achromatisiert - d.h. der Farb-

saum verschwindet. Es ist natürlich wichtig, dass die Geradsichtprismen so hergestellt werden, dass die ausgewählte Wellenlänge keine Ablenkung erfährt. Andernfalls werden Fehler eingeführt, wenn die Prismen gedreht werden, um die Grenzlinie zu achromatisieren.

In der Praxis wird die Dispersion des Geradsichtprismas größer gehalten als die, die wahr-

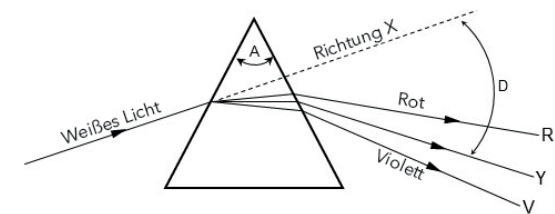


Abb. 24 Brechung und Dispersion von weißem Licht in Spektralfarben

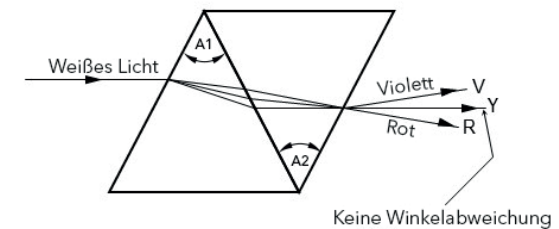


Abb. 25 Zwei Prismen in Reihe

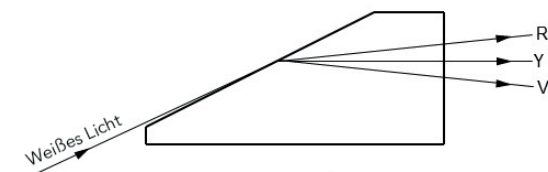


Abb. 26 Farbige Grenzlinien

# Refraktometrie-Fibel

scheinlich von dem Proben- / Hauptprisma erzeugt wird, so dass immer eine Orientierung des Geradsichtprismas gefunden werden kann, um den Farbsaum zu entfernen.

Bei einigen Instrumenten werden zwei identische DV-Prismen verwendet, die sich in entgegengesetzte Richtung drehen. Dies hat den Vorteil, dass Fehler in einem Prisma durch entgegengesetzte Fehler in dem anderen Prisma ausgeglichen werden, wenn die Prismen eingestellt werden.

## TEMPERATURAUSWIRKUNGEN

Wenn Flüssigkeiten erhitzt werden, dehnen sie sich aus und die Dichte nimmt ab. Die Lichtgeschwindigkeit in der weniger dichten Flüssigkeit nimmt ab und folglich fällt der Brechungsindex entsprechend ab.

Die Änderung des Brechungsindex pro Grad Temperaturänderung ist nicht konstant, sondern steigt mit der Temperatur. So haben wir für Wasser folgende Zahlen:

Im Falle eines Refraktometers, der den Brechungsindex einer Flüssigkeit mit ähnlichen Eigenschaften wie die oben genannten misst und bei beispielsweise 20 °C arbeitet, müsste die Temperatur auf  $\pm 0,5$  °C geregelt werden, wenn der Brechungsindex-Temperaturfehler  $\pm 0,00005$  nicht überschreitet.

Nicht nur Flüssigkeiten werden auf diese Weise von Temperaturschwankungen beeinflusst. Feststoffe sind ebenfalls betroffen, jedoch in der Regel in einem geringeren Ausmaß. Dies gilt für die Materialien, aus denen das Prisma hergestellt wird. Wenn ein DV-Prisma verwendet wird, zeigt dieses

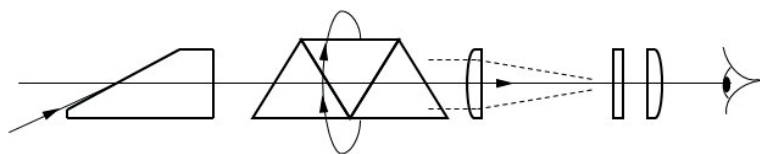


Abb. 27 Einfügen eines Geradsichtprismas

Temperatur °C	Brechungsindex (RI)	RI Unterschied
0	1,3339493	
1	1,3339474	0,0000019
20	1,3329870	
21	1,3328965	0,0000905
59	1,3274349	
60	1,3272470	0,0001879

auch geringfügige Schwankungen in seiner Leistung, wenn sich die Temperatur ändert. Bei der Kalibrierung des Instruments werden normalerweise temperaturbedingte Schwankungen der Leistung von Refraktometerprismen berücksichtigt.

## Temperaturkontrolle

Aus den obigen Ausführungen zu den Temperatureffekten ist ersichtlich, dass die Temperatursteuerung des Refraktometers von entscheidender Bedeutung ist, wenn genaue Messungen vorgenommen werden sollen.

Refraktometer-Hauptprismen sind normalerweise in einem kastenähnlichen Behälter aus Metall montiert, der das Prisma auf allen Flächen umgibt, die nicht das Licht durchlaufen

müssen. Dieser Metallbehälter wird hier als Prismenbox bezeichnet. Durch die Verwendung von Prismenboxen mit relativ großen Wärmekapazitäten lassen sich Vorteile erzielen, da dies eine größere Wärmestabilität ergibt, die zu konstanteren Messungen führt.

Für die Temperaturstabilität verwendeten die meisten Laborrefraktometer wie Abbe- und sogar frühe digitale Refraktometer eine Prismenbox, die interne Durchgänge enthielt, durch die Wasser gepumpt werden konnte. Diese Anordnung wird als Wassermantel bezeichnet. Der Wassermantel wird mit Wasser versorgt, das aus einem thermostatisch kontrollierten Wasserbad zirkuliert. Auf diese Weise kann die Temperatur des Prismas und damit der Probe aufrechterhalten werden.

Die Entwicklungen in der Elektronikindustrie haben es den Herstellern jedoch ermöglicht, hochpräzise Refraktometer mit eingebauten Peltier-Temperiersystemen zu liefern, die die Prismatemperatur auf ein höheres Maß an Genauigkeit und Stabilität als Wasserumlaufthermostate bringen können.

Unter Berücksichtigung aller Aspekte (Kosten des Wassermantels im Vergleich zum Festkörper-Peltier-System, Wartung eines Wasserbades und Laborbankplatzbedarf) ist die Verwendung eines Wasserbades im Bereich der Refraktometrie jetzt meist auf wissenschaftliche Anwendungen beschränkt.

## Temperaturmessung

Die klassische Form eines Temperaturmessgeräts ist seit vielen Jahren das Quecksilber-Glas-Thermometer. Dies wurde verwendet, indem der Kolben in das Wasser eingetaucht wurde, das im Wassermantel des Prismenkastens zirkulierte.

Nahezu alle heute verwendeten Refraktometer verwenden jedoch Temperaturmessgeräte mit einem elektrischen Sensor, wie beispielsweise ein Platinfolien-Widerstandssensor. Die Sonde kann die Temperatur im Wassermantel oder die Temperatur des Prismenbehälters in der Nähe des Prismas abtasten oder direkt in das zu testende Probenmaterial eintauchen.

Um eine optimale Leistung der Peltier-Temperaturregelung im Gerät zu gewährleisten, verwenden digitale Refraktometer häufig mehrere Temperaturmeßsonden. Diese sind an kritischen Stellen im gesamten Instrument verbaut, so dass Umgebungsluft, Luftströmung innerhalb des Instruments und sogar wichtige elektronische Bauteile überwacht und in einigen Fällen auf Temperaturänderungen korrigiert werden können.

## Temperaturkompensation - Nichtlinearität

Bei der Messung des Brechungsindex einer Lösung sind bei der Entwicklung einer Temperaturkompensation mehrere Faktoren zu berücksichtigen.

Es wurde gezeigt, dass der Brechungsindex von Wasser nichtlinear mit der Temperatur zusammenhängt. Diese Nichtlinearität gilt vor allem für Flüssigkeiten. Bei Feststoffen, finden Änderungen des Brechungsindex in Abhängigkeit von der Temperatur in einem viel kleineren Maßstab statt.

Darüber hinaus hängt die Änderung des Brechungsindex mit der Temperatur auch von der Konzentration der Lösung ab, und dies fügt noch eine weitere nichtlineare Beziehung hinzu.

Es wurde auch gezeigt, dass die Gesetze, die für die Brechung des Lichts durch das Prisma gelten, zu einer nichtlinearen Beziehung zwischen dem Brechungsindex und der Ablenkung der Strahlen, die die Grenzlinie bilden, führen.

Diese kombinierten Effekte werden bei einer Untersuchung des nichtlinearen Abstands der Skalenlinien in einem visuellen Refraktometer deutlich, wie in Abbildung 17 dargestellt.

Dies bedeutet, dass die Temperaturkompensation durch bloßes Bewegen der Skala und ohne Bezugnahme auf die Konzentration der Flüssigkeit immer zu Fehlern führen muss. Solche Fehler können natürlich bei Instrumenten mit eingeschränktem Messbereich akzeptabel sein, bei denen der Hinweis auf Korrektortabellen nicht gerechtfertigt ist.

## Temperaturkompensation

Die Notwendigkeit einer Temperaturkompensation kann vermieden werden, indem Brechungsindexmessungen bei einer Standard-Temperatur von normalerweise 20 °C durchgeführt werden. Wo dies nicht möglich ist, müssen andere Methoden angewendet werden.

Nachfolgend werden einige Methoden zur Temperaturkompensation beschrieben, die häufig bei Handrefraktometern gefunden werden.

## Mechanische Kompensation - Trommel & Schraube

Einige Handrefraktometer enthalten eine Einstellschraube mit einer Trommel, die hinsichtlich der Temperatur kalibriert ist. Diese Trommel bewegt die Grenzlinie relativ zur Skala. Zur Kalibrierung wird die Trommel auf die Temperatur der Probe eingestellt und die erforderliche Korrektur entsprechend des Skalenwertes vorgenommen.

## Mechanische Kompensation - Thermostatisches Bimetall

Einige Handrefraktometer verwenden für eine automatische Temperaturkompensation einen Bimetallstreifen, der seine Krümmung mit der Temperatur ändert. Dieser Streifen bewegt die Skala oder eine optische Zwischenkomponente entsprechend der Änderung der

Umgebungstemperatur, um die erforderliche Kompensation zu erreichen.

## Optische Kompensation (Goldberg-Refraktometer)

Einige Handrefraktometer erhalten eine automatische Temperaturkompensation durch Verwendung eines mit einer geeigneten Flüssigkeit gefüllten Hohlprismas. Die optisch / thermischen Eigenschaften der Flüssigkeit werden so gewählt, dass eine Ablenkung der Grenzlinie erzeugt wird, um die durch Temperaturänderungen hervorgerufenen Lesefehler so weit wie möglich auszugleichen.

Diese Technik ist natürlich mit einem Kompromiss verbunden, da die Flüssigkeit in dem hohlen Prisma nicht mit dem gesamten Materialbereich übereinstimmen kann, für den das Instrument verwendet werden kann. Trotzdem wird behauptet, dass temperaturinduzierte Fehler über weite Temperaturbereiche für die meisten Probenarten akzeptabel klein sind.

## Kompensation durch kalibriertes Thermometer

Für bestimmte Substanzen, z.B. Zuckerlösungen wird festgestellt, dass der Temperaturkorrekturfaktor bei einer festen Temperatur nicht stark durch die Konzentration beeinflusst wird (typischerweise weniger als  $\pm 0,1 \%$ ).

Wenn dieser Fehler akzeptabel ist, ist es möglich, ein Quecksilber-in-Glas-Thermometer, das normalerweise an dem Instrument angebracht ist, direkt in Bezug auf die erforderliche Korrektur zu kalibrieren, die dann zum Messwert des Instruments hinzugefügt werden kann.

Diese Korrekturmethode ist normalerweise auf Handmessgeräte beschränkt und wird kaum noch verwendet, da digitale Handrefraktometer wie das OPTi eine kostengünstige und sicherere Alternative zu mit Quecksilber / Alkohol gefüllten Glasthermometern darstellen.

## Kompensation durch Verwendung der Nullstellschraube

Diese Methode gilt meistens für Handmessgeräte, die mit einer Nullstellschraube ausgestattet sind. Diese wird bei einer abweichenden Temperatur von derjenigen, für die die Skala standardisiert ist, verwendet (normalerweise  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

Angenommen, die Umgebungstemperatur beträgt beispielsweise  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ . Wenn die Nullstellschraube so eingestellt ist, dass der Messwert der Skala für eine bekannte Testprobe bei  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  korrigiert wird, sind die Messwerte einer unbekannteren ähnlichen Probe mit einem Brechungsindex nahe dem der bekannten Probe im Wesentlichen frei von Temperaturfehlern.



## FOKUSSIERBEREICH DER OKULARE

### Fokussierungsinstrumente

Instrumente mit fokussierbaren Okularen können das Skalenbild in verschiedenen scheinbaren Entfernungen vom Betrachter darstellen, um Kurzsichtigkeit (Myopie) oder Weitsichtigkeit (Hypermetropie) auszugleichen. Der Fokussierbereich wird in Dioptrien ausgedrückt. Je größer die Anzahl der Dioptrien ist, desto mehr kann der scheinbare Abstand des Skalenbildes variiert werden.

Okulare mit geringer Leistung erfordern eine größere Fokussierbewegung als dies bei Okularen mit hoher Leistung der Fall ist, und dies beschränkt den Fokussierbereich, der ansonsten bei einigen Instrumenten erreichbar ist.

Mit einer Fokussierungsanpassung von  $\pm 4$  D wird ein Großteil der Bevölkerung berücksichtigt, während  $\pm 2$  D bereits etwa 85 % der Benutzer abdecken. Es kann dennoch erforderlich sein, ein fokussie-

rendes Okular mit einer Brille zu verwenden, um bestimmte Arten von Augendefekten auszugleichen.

Bei einigen Okularen, insbesondere bei Ferngläsern, ist eine mit Dioptrien markierte Skala vorhanden, so dass eine bekannte Einstellung schnell wiederhergestellt werden kann, wenn das Instrument von Hand zu Hand geführt wird.

### Instrumente mit festem Fokus

Einige einfache Handinstrumente, wie z. B. das in Abb. 11 gezeigte, haben Okulare mit festem Fokus. Dies bedeutet, dass ein im Okular gesehenes Bild der Skala in einem festen Abstand zum Betrachter erscheint.

Dieser Abstand wird vom Gerätehersteller festgelegt und kann vom Benutzer nicht geändert werden. Der Abstand kann so eingestellt werden, dass ein normales entspanntes Auge das Skalenbild in einer großen Entfernung sieht (Unendlich, d. h. 0 D, s. Anhang). Üblicherweise wird der Abstand jedoch auf etwa einen Meter (+1 D) eingestellt.

Die mechanische Konstruktion von Okularen mit festem Fokus ist einfacher als die mit veränderbarem Fokus, und folglich sind solche Okulare billiger herzustellen. Darüber hinaus werden Schmierungsprobleme vermieden, und auch Probleme der Abdichtung gegen das Eindringen von Feuchtigkeit werden weitgehend entfernt.

Die Erfahrung hat jedoch gezeigt, dass eine große Anzahl von Menschen, selbst wenn sie eine Brille tragen, große Schwierigkeiten haben, feine Linienskalenbilder aufzulösen, die von Instrumenten mit festem Fokus dargestellt werden. Aus diesem Grund haben Instrumente mit fester Skala im Allgemeinen sehr dicke schwarze Skalenteilungen, was zu einem gewissen Verlust der Ablesegenauigkeit führt.

## KALIBRIERUNG

Es ist wichtig, alle Refraktometer regelmäßig zu überprüfen, um sicherzustellen, dass sich die Kalibrierung nicht geändert hat. Dies bedeutet, dass die Genauigkeit des Ablesens an verschiedenen Stellen im gesamten Messbereich über-

prüft wird und dass das Instrument an einem geeigneten Punkt zurückgesetzt werden muss, um es korrekt abzulesen.

Das Überprüfungsverfahren beinhaltet das Aufbringen verschiedener Flüssigkeiten (Abb. 28) oder Festkörper mit bekannten Eigenschaften auf das Hauptrefraktometer-Prisma und das Zusammenstellen dieser mit den Instrumentenablesungen. Der Lesefehler an einem ausgewählten Punkt (häufig bei Null) kann durch die am Instrument vorgesehene Justiereinrichtung korrigiert werden. Korrekturen an zwei weit auseinander liegenden Punkten des Bereichs sind bei bestimmten automatischen Instrumenten auch möglich.



Abb. 28 Testflüssigkeiten

## Testflüssigkeiten

Hierbei handelt es sich in der Regel um Lösungen, bei denen die Konzentration durch Wägung genau bestimmt und gegebenenfalls auf den Brechungsindex bezogen wird. Diese Testlösungen müssen mit größter Sorgfalt eingesetzt werden, um Konzentrationsänderungen durch Verdunstung zu vermeiden. Dies gilt auf allen Stufen der Handhabung der Flüssigkeiten. Es gilt auch während des Vorgangs des Transports der Flüssigkeit von ihrem Behälter zur Prismenfläche. Es wird empfohlen, anstelle einer Stange oder eines Spatels eine Pipette zu verwenden, um die Verdunstung zu reduzieren. Die freie Oberfläche der Testflüssigkeit darf nicht freigelegt werden.

Es ist wichtig, dass bei der Kalibrierung oder dem Nullstellen die Temperatur beibehalten wird, die strikt kontrolliert wird.

Für die Überprüfbarkeit verwenden die meisten Refraktometerbenutzer zertifizierte Lösungen, die von ISO17025-akkreditierten Kalibrierlaboratorien (UKAS in

Großbritannien oder DAkkS in Deutschland) beschafft werden, die die Rückverfolgbarkeit auf international anerkannte Standards wie ICUMSA oder NIST ermöglichen.

Bei der Auswahl des richtigen, zertifizierten Referenzmaterials für die Refraktometer-Kalibrierung, sind der Brechungsindex- oder Brix-Skalenbereich, die Toxizität und die Langlebigkeit sorgfältig zu berücksichtigen.

## Testplatten

Feste Testplatten haben normalerweise eine rechteckige Form und bestehen aus verschiedenen Materialien, hauptsächlich Quarz, Quarzglas oder Glas.

Feste Platten haben relativ stabile Brechungsindizes und werden durch Temperaturänderungen viel weniger beeinflusst als Testflüssigkeiten, und im Gegensatz zu Flüssigkeiten können sie ihren Index nicht durch Verdampfen ändern. Feste Platten können jedoch nicht für Kalibrierungszwecke mit niedrigen Indizes verwenden

werden, da nur wenige geeignete Materialien mit Indizes unter etwa 1,5 verfügbar sind.

Platten aus Quarz oder Quarzglas haben den Vorteil, dass der Brechungsindex bei einer gegebenen Temperatur aufgrund ihrer ursprünglichen kristallinen Struktur fest und unveränderlich ist, so dass die Platten selbst keine Kalibrierung erfordern.

Es ist zu beachten, dass kristalliner Quarz doppelbrechend ist, d.h. er hat zwei Brechungsindizes, abhängig von dem Winkel, bei dem das Material aus dem Kristallkörper geschnitten wird. Diese beiden bei 20 °C und Wellenlänge 589,3 nm gemessenen Indizes sind 1,54424 (ordentlicher Strahl) und 1,55335 (außerordentlicher Strahl).

Der Index des ordentlichen Strahls ist unabhängig von der Schnittrichtung und wird für Kalibrierungszwecke verwendet. Quarzprüfplatten werden normalerweise geschnitten, um den unerwünschten Brechungsindex zu beseitigen.

Im Gegensatz zu kristallinem Quarz hat Quarzglas nur einen einzigen Brechungsindex. Dieser ist 1,458840 bei 20 °C und einer Wellenlänge von 589,3 nm.

Glasprüfplatten müssen hinsichtlich des Brechungsindex genau gemessen werden, und alle Platten müssen mit ihrem Brechungsindex gekennzeichnet sein.

Im Gebrauch wird die Testplatte auf der Oberfläche des Refraktometerprismas aufgebracht und durch eine dünne Schicht Kontaktflüssigkeit von der Oberfläche getrennt, wie in Abb. 29 gezeigt. Es gibt einige wichtige Merkmale, die verstanden werden müssen, was die Verwendung der Platte betrifft .

Der Brechungsindex der Kontaktflüssigkeit muss höher sein als der der Testplatte, andernfalls wird der Brechungsindex der Kontaktflüssigkeit gemessen. Dies bedeutet, dass Flüssigkeiten wie Wasser nicht verwendet werden können. Die am häufigsten verwendete Kontaktflüssigkeit ist *α-Monobromnaphthalin*, bei dem es sich

# Refraktometrie-Fibel

um einen Kohlenwasserstoff mit relativ hohem Brechungsindex von 1,660 bei 20 °C für Natriumlicht handelt. Auch der Brechungsindex des Prismas muss immer den der Testplatte übersteigen. Die Anforderungen sind nachstehend zusammengefasst (siehe Abbildung 29).

$n_2$  muss größer als  $n_1$  sein  
 $n_3$  muss größer als  $n_1$  sein  
 ( $n_2$  kann größer als  $n_3$  sein oder nicht)

Ein sehr wichtiges zu beachtendes Merkmal ist, dass der Kontaktflüssigkeitsfilm dünn sein und eine gleichmäßige Dicke haben muss. Dies setzt die Verwendung einer möglichst geringen Flüssigkeitsmenge voraus, die mit einer vollständigen Abdeckung der Testplattenoberfläche übereinstimmt.

Betrachten Sie zunächst die Verwendung der Testplatte im Durchlichtsmodus. Abb. 29 zeigt den Durchgang eines Strahllichts durch eine Testplatte und dann über die Kontaktflüssigkeit in das Refraktometerprisma. Die Strahlen bei streifendem Einfall entlang der Grenzfläche zwischen Testplatte und Flüssigkeit bilden einen kritischen Winkel (C1). Da der Brechungsindex der Kontaktflüssigkeit höher ist als der der Platte, wird ein Teil des Lichts in die Flüssigkeit gebrochen und an der Prismenfläche weiter gebrochen und tritt schließlich zur Bildung der Grenzlinie aus.

Die Lichtquelle muss so eingestellt werden, dass das Licht

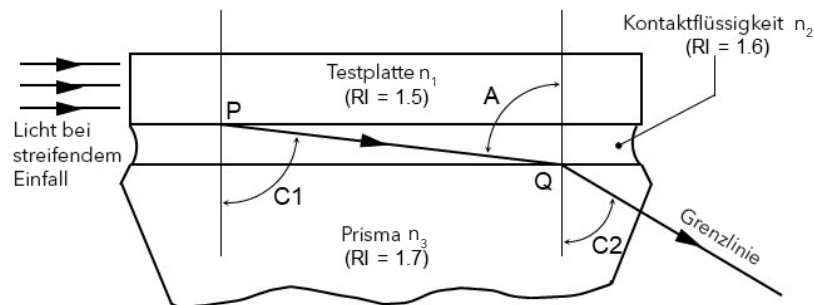


Abb. 29 Gebrauch einer Testplatte

bei streifendem Einfall entlang der unteren Oberfläche in die Platte eindringen kann. Die Vorderkante der Platte muss ausreichend rechtwinklig zur Kontaktfläche positioniert und vorzugsweise grau sein.

Es ist zu beachten, dass der kritische Winkel (C1) immer gleich dem Winkel (A) ist, der der Einfallswinkel des Strahls auf die Prismenoberfläche ist. Die in den beiden Abbildungen gezeigten Brechungsindexwerte sind nur beispielhaft.

Betrachten Sie eine kleine Änderung im Brechungsindex der Kontaktflüssigkeit. Dies führt zu einer Änderung der Strahlabweichung am Punkt (P). Es kann jedoch leicht gezeigt werden, dass die Änderung

der Abweichung bei (P) durch eine gleiche, aber entgegengesetzte Abweichung bei (Q) exakt aufgehoben wird. Infolgedessen ist die Situation so, als ob keine Kontaktflüssigkeit vorhanden wäre und sich die Platte und das Prisma in engem (optischem) Kontakt mit keiner Luft zwischen den Oberflächen befänden. Der Winkel (C2) wäre dann der kritische Winkel zwischen dem Material der Testplatte und dem des Prismas.

Betrachten Sie nun die Verwendung der Testplatte im Reflexionsmodus. Abb. 30 zeigt den Durchgang eines einfallenden Strahls durch das Prisma, dann durch die Kontaktflüssigkeit, um den Grenzwinkel an der Grenzflä-

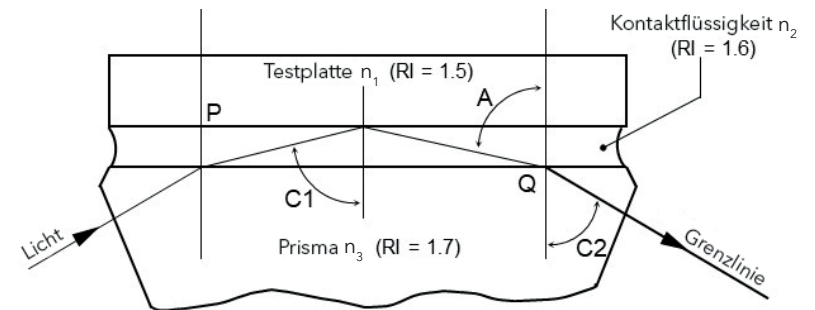


Abb. 30 Testplatte im Reflexionsmodus

che Flüssigkeit / Testplatte zu bilden. Nach der Reflexion an der Grenzfläche verfolgt der Strahl einen Weg zurück in das Prisma, von dem er zur Grenzlinie gelangt. Es ist ersichtlich, dass Strahlen, die die Teststückgrenzfläche verlassen, Spiegelbilder der einfallenden Strahlen sind.

Es gelten die gleichen Grundprinzipien wie beim Durchlichtmodus, und es gelten die gleichen Einschränkungen für den Brechungsindex der Platte, der Kontaktflüssigkeit und des Prismas. Kleine Änderungen im Brechungsindex der Kontaktflüssigkeit erzeugen Änderungen des Winkels (C1) und des Brechungswinkels (C2), aber die Änderung der Ablenkung des Strahls bei P wird durch eine gleiche, aber entgegengesetzte Änderung der Ablenkung bei Q exakt aufgehoben.

Wie im Durchlichtmodus ist die Situation so, als ob keine Kontaktflüssigkeit vorhanden wäre und die Platte und das Prisma in engem Kontakt wären, ohne Luft zwischen den Oberflächen. Der Winkel (C2)

wäre dann der kritische Winkel zwischen dem Material der Testplatte und dem des Prismas.

Es wurde bereits darauf hingewiesen, dass im Reflexionsmodus an der Grenze immer weniger Kontrast herrscht als im Durchlichtmodus, und dies gilt auch für die Verwendung von Testplatten.

Bei der Verwendung von Testplatten muss die normale Temperaturkontrolle ausgeführt werden, und das Gerät muss bei der Temperatur betrieben werden, für die die Platten kalibriert wurden. Im Falle von Quarz- oder Siliciumdioxidplatten sollten Daten verfügbar sein, damit das Instrument bei einer alternativen Temperatur oder Wellenlänge betrieben werden kann, falls dies gewünscht wird. Wie bei Testflüssigkeiten muss die Lichtquelle monochromatisch sein oder das Instrument muss so eingestellt sein, dass es die Grenzlinie achromatisiert.

In keinem der beiden oben beschriebenen Fälle liegt ein shielding error vor (siehe Grenzlinien-Qualität - Durch-

lichtsmodus). Die Dicke des Flüssigkeitsfilms ist an sich nicht besonders wichtig. Ein dünner Film trägt jedoch dazu bei, einen höheren Grad an Parallelität zwischen den Grenzflächen sicherzustellen, und dies ist sehr wichtig.

## PROBENAHEMTECHNIKEN

Auf den ersten Blick scheint es, als würde das Aufbringen einer Probe auf die Oberfläche des Prismas keine Schwierigkeiten bei der Messung des Brechungsindex machen. In den meisten Fällen, in denen keine höchste Messgenauigkeit erforderlich ist, ist dies der Fall. Von Zeit zu Zeit ergeben sich jedoch Probleme, deren Ursachen keineswegs offensichtlich sind.

### Homogenität der Probe

Refraktometer messen den kritischen Winkel, und dieser wird durch das bestimmt, was an der Grenzfläche zwischen Prisma und Probe stattfindet. Folglich können sich Messungen nur auf den Brechungsindex des Materials beziehen,

das sich in unmittelbarem engen Kontakt mit der Prismenoberfläche befindet.

Diese sehr dünne kontaktierende Materialschicht hat möglicherweise nicht genau dieselben Eigenschaften, wie bei der durchschnittlichen Flüssigkeit in dem Behälter, aus der die Probe entnommen wurde. Dies kann verschiedene Gründe haben. Die Flüssigkeit ist möglicherweise nicht homogen, so dass die Proben in Abhängigkeit von ihrer ursprünglichen Position in der Flüssigkeitsmenge variieren können. Beispielsweise neigen dichtere Flüssigkeitsschichten dazu, sich am Boden des Behälters abzusetzen. Wiederum kann es Temperaturgradienten in der Hauptflüssigkeit geben, die zu Änderungen in der Dichte führen. Diese Situation kann durch gründliches Mischen der Flüssigkeit verbessert werden. In diesem Fall wäre die resultierende RI-Messung repräsentativ für den durchschnittlichen RI der Flüssigkeit.

In vielen Fällen kann die Definition der Grenzlinie verbessert werden, indem die Probe auf der Prismenfläche gerührt

oder bewegt wird. Dies kann die Probe homogener machen oder die Probe in besseren Kontakt mit der Prismenoberfläche bringen. Dieser Effekt kann natürlich leichter auf einem visuellen Instrument untersucht werden, auf dem die Grenzlinie sichtbar ist. Dasselbe Phänomen tritt bei Instrumenten mit automatischer Detektion auf. Hier kann der Operator nur durch unregelmäßige Messwerte oder durch Signale, die aus dem Instrument stammen, auf eine inakzeptable Grenzlinie hingewiesen werden. Einige digitale Refraktometer verwenden einen Algorithmus, um eine Qualitätszahl zwischen 0 und 100 anzuzeigen, die relativ zu der für die Nullkalibrierungslösung (z. B. Wasser) ermittelten Grenzlinie ist, so dass ein Benutzer eine Probenqualitätszahl numerisch als die der Nulllösung oder eines gemeinsamen / neu festgelegten Wertes für diese bestimmte Probe betrachten kann.

## Sauberkeit

Die Prismenoberfläche muss sauber sein. Zum Entfernen von Fett oder anderen Verunreinigungen müssen geeignete Lösungsmittel verwendet werden.

Bei Instrumenten mit Beleuchtungsplatten aus Kunststoff, zu denen die meisten tragbaren Refraktometer gehören, muss darauf geachtet werden, dass keine Lösungsmittel verwendet werden, die das Plattenmaterial chemisch angreifen könnten. Plattenmaterialien können Acryl oder Polycarbonat sein. Reinigungsmittel, die normalerweise in dieser Hinsicht sicher sind, umfassen Brennspritus, Isopropylalkohol, Seifen, Detergenzien und möglicherweise Aceton für hartnäckige Harzproben. Einige Lösungsmittel müssen vermieden werden. Dazu gehören Amylacetat und Toluol. (Das letztere Lösungsmittel wird manchmal als geeignetes Medium für die Refraktometrie empfohlen, kann jedoch viele Kunststoffe angreifen).

Es ist wichtig, nach den Messungen kein Material auf den Prismen zu belassen. Einige Proben kleben die Prismen zusammen, wenn sie längere Zeit auf den Prismen verbleiben. Dies kann zu Beschädigungen des Prismas führen. Wieder greifen einige Probenmaterialien die Prismenoberflächen nach längerem Kontakt an. Dies gilt insbesondere für Glasprismen. Bestimmte Glasarten neigen zum Angriff durch schwache Säuren, wie sie beispielsweise in Fruchtsäften vorkommen. (Gläser, die auf diese Weise leicht angegriffen werden können, werden vom Instrumentenhersteller normalerweise vermieden, für bestimmte Instrumentenbereiche sind jedoch nicht immer alternative Gläser verfügbar).

Prismen werden häufig mittels einer Art Epoxidzement in der Prismenbox montiert. Dieser wird von den meisten Probenmaterialien oder Reinigungsmitteln nicht angegriffen.

Einige Prismen werden durch Silikondichtungen in Position gehalten. In jedem Fall sollte der Hersteller konsultiert werden, wenn Proben oder

Reinigungsmittel verwendet werden sollen, die mit diesen Materialien in Wechselwirkung treten können.

## Verdunstung

Es ist darauf zu achten, dass Änderungen der Probenkonzentration durch Verdampfung vermieden werden. Ein dünner Film aus Probenmaterial ändert, wenn er der Atmosphäre ausgesetzt wird, seine Konzentration schnell, insbesondere wenn flüchtige Flüssigkeiten beteiligt sind. Auf dem Prisma platzierte Proben dürfen niemals unbedeckt bleiben, und die Prismenboxen müssen geschlossen werden, sobald die Probe aufgebracht wurde.

Dieser Verdampfungsverlust kann während der Zeit der Übertragung der Probe aus ihrem Behälter auf das Prisma auftreten, und für genaue Messungen wird empfohlen, die Probe, wenn die Viskosität der Probe es erlaubt, mit einer Pipette und nicht mit einem Stab oder Spatel aufzutragen.

Bei hochviskosen Proben ist Vorsicht geboten, wenn sich eine Proben-"Pille" bildet. An

der Oberfläche des Klumpens werden durch Luftkontakt flüchtige Bestandteile verdunstet, und diese oberflächenschicht wird zuerst das Prisma berühren. Es ist wesentlich, dass diese oberflächliche Schicht durch Aufbringen von Druck auf die Probe durch Schließen der Prismeneinheit oder durch andere Mittel aufgerissen wird, wodurch repräsentatives Material aus dem Probeninneren in engen Kontakt mit der Prismenoberfläche gebracht wird.

Die Anreicherung der Probe durch Verdampfen kann nicht genug betont werden. Beispielsweise wurden beim Ablesen einer 15 % igen Zuckerlösung Fehler zwischen 0,5 % und 1,0 % festgestellt, die einfach dadurch verursacht wurden, dass die Probe mittels eines Rührstabs auf das Prisma übertragen wurde.

## Temperatur

Eine der häufigsten Ursachen für fehlerhafte Messungen ist das Fehlen einer geeigneten Temperaturregelung. Die Probe muss sich auf der erforderlichen Temperatur befinden

und ausreichend Zeit haben eine stabile Temperatur zu erreichen. Dies ist besonders wichtig, wenn sperrige Proben mit hoher Wärmekapazität (z. B. Konserven, Marmelade usw.) im Reflexionsmodus getestet werden.

Es ist zu beachten, dass zwischen der Prismenoberfläche und dem Temperatursensor eine thermische Zeitverzögerung vorliegt. Der Instrumentenhersteller minimiert diese Verzögerung durch ein sorgfältiges Design, aber eine gewisse thermische Verzögerung bleibt immer bestehen und muss vom Bediener berücksichtigt werden oder automatisch mit einer vorprogrammierten Methode arbeiten, die in einem modernen digitalen Refraktometer wie einem RFM gespeichert ist. Diese Methoden können eine einfache Zeitverzögerung vor der Messwertfassung bedeuten, oder es kann ein komplexerer Algorithmus verwendet werden, der sowohl die Temperatur- als auch die Messwertstabilität auf vordefinierte Grenzen überwacht.

## Probe verteilen

Die Probe sollte den Arbeitsbereich der Prismenoberfläche abdecken. Dies gilt insbesondere, wenn der Durchlichtsmodus für optische Instrumente verwendet wird. Bei unzureichender Abdeckung können mehrere Probleme auftreten. In Teilen des Instrumentenbereichs kann eine schlechte Ausleuchtung der Grenzlinie auftreten. Bei digitalen Refraktometern sollte die Probentiefe 2-3 mm betragen, um zu verhindern, dass Licht aus der Grenzfläche Probe / Luft in den optischen Detektor zurückstrahlt.

## PRISMEN-MATERIALIEN

Die Auswahl eines Prismenmaterials durch den Instrumentendesigner wird durch die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Materials und die Gesamtkosten der Herstellung des Prismas im ausgewählten Material bestimmt. Einige technische und allgemeine Informationen zu Prismenmaterial finden Sie im Anhang.

## Physikalische Eigenschaften

Der Brechungsindex des Prismenmaterials muss für den beabsichtigten RI-Bereich des Instruments geeignet sein. Der RI des Prismas muss höher sein als der der zu messenden Probe, da sonst kein kritischer Winkel und keine Grenzlinie entsteht.

Möglicherweise muss das Dispersionsvermögen des Materials berücksichtigt werden, um die Grenzfarbe zu reduzieren.

Das Prismenmaterial sollte so hart und kratzfest sein wie möglich, um eine lange Lebensdauer des Prismas ohne Verschlechterung seiner Oberflächen sicherzustellen. Die thermischen Eigenschaften des Materials, wie Leitfähigkeit und spezifische Wärme, beeinflussen die thermischen Zeitverzögerungen zwischen der Temperatur von Probe und Prisma. In den meisten Fällen überwiegen jedoch die anderen hier genannten Eigenschaften bei der Auswahl von Prismenmaterialien.

## Chemische Eigenschaften

Das Prismenmaterial muss so gewählt werden, dass es, soweit dies möglich ist, gegen einen chemischen Angriff der Probe oder der Reinigungsmittel, die wahrscheinlich verwendet werden, immun ist.

## Kostenfaktoren

Manchmal sind die aus technischen Gründen zufriedenstellendsten Materialien wegen der hohen Kosten auszuschließen. Wenn aus verschiedenen Gründen teure Materialien wie synthetische Saphire verwendet werden müssen, kann dies die Verwendung des Instrumens auf den Reflexionsmodus beschränken, in dem kleinere Prismen verwendet werden können.

## ANMERKUNGEN ZU VERSCHIEDENEN MATERIALIEN, DIE FÜR PRISMEN VERWENDET WERDEN

### Glas

Es gibt viele Arten von optischem Glas, die eher willkürlich in zwei Hauptkategorien, Kronglas und Flintglas, unterteilt sind. Kronglas wird manchmal als einer der Alkali-Kalk-Silicat-Typen (Natron-Kalk-Glas) bezeichnet, im Gegensatz zu Flintglas, bei dem es sich um Glas handelt, zu dem Blei hinzugefügt wird. Der Name wurde von der Herstellungsmethode abgeleitet, bei der zerkleinerte Feuersteine als Vorratsmaterial von guter Kieselsäure verwendet wurden, um dem Glas eine verbesserte "Farbe" zu verleihen.

Dem Glas werden verschiedene Chemikalien (einschließlich seltener Erden) und häufig Barium, Zink und Bor zugesetzt, um besondere optische

Eigenschaften zu erzielen. Beispielsweise führt die Zugabe von Blei dazu, dass der Brechungsindex ansteigt, und Gläser können mit einem breiten Dispersionsbereich hergestellt werden.

Eine optische Klassifizierung der verschiedenen Gläser basiert auf ihrer Abbe-Zahl  $V$  (Dispersion). Kronglas hat eine Abbe-Zahl ( $V$ ) von 50 oder mehr und Flintglas 50 oder weniger.

Daraus folgt, dass Gläser komplexe Materialien sind, deren Brechungsindex von der genauen Mischung der einzelnen Bestandteile innerhalb eines gegebenen Glasstücks abhängt.

Optisches Glas wird normalerweise hergestellt, indem das geschmolzene Glas aus einem Tiegel in eine Form gegossen wird. Es gibt immer Unterschiede in den optischen Eigenschaften von aufeinanderfolgenden Glaschargen (Schmelzen).

Diese Variationen werfen Probleme bei der Herstellung von Refraktometerprismen auf.

Refraktometer-Kalibrierungsvorrichtungen, wie z. B. die geteilten Skalen, die in den Okularen visueller Instrumente zu sehen sind, hängen von der Differenz zwischen dem Brechungsindex des Prismas und dem der Probe ab. Wenn sich der Brechungsindex des Prismas ändert, möglicherweise aufgrund eines Austauschs eines beschädigten Prismas durch ein anderes Prisma mit einem etwas anderen Index, kann ein erheblicher Fehler eingeführt werden. Aus diesem Grund müssen Skalen usw. speziell für Prismen hergestellt werden, die alle aus derselben Schmelze bestehen. Manchmal kann dieses Problem vermieden werden, wenn das Prisma aus einem Material hergestellt werden kann, das einen konstanten Brechungsindex aufweist, wie Quarzglas oder Saphir.

### Kieselerde

Kieselsäure ( $\text{SiO}_2$ ) kommt in der Natur in verschiedenen Formen vor, entweder frei oder in Kombination mit verschiedenen Basen, um Mineralsilikate herzustellen. Freie Kieselsäure liegt in kristalliner oder amor-

pher Form vor. Amorphes Siliziumdioxid erzeugt in Verbindung mit verschiedenen Verunreinigungen Mineralien wie Opal, Hornstein, Chalcedon und Jaspis.

Quarz, kristallines Siliziumdioxid, hat viele optische Anwendungen. Es kommt als hexagonale Kristalle vor, die in hexagonalen Pyramiden enden. Verschiedene Verunreinigungen führen zu Mineralien wie Amethyst, milchigem Quarz usw. Der reinste Quarztyp ist als Bergkristall bekannt, der farblos und hart genug ist, um Glas zu zerkratzen. Kristalliner Quarz ist ein doppelbrechendes Material. (Diese Eigenschaft wurde bereits im Abschnitt "Kalibrierung - Testplatten" genannt).

Natürliche Quarzkristalle von guter optischer Qualität werden immer schwieriger und teurer zu beschaffen, und die meisten Quarzkristalle werden inzwischen künstlich gezüchtet, um den Anforderungen der Elektronikindustrie zu genügen.

## Quarzglas

Dieses Material wird üblicherweise durch Verschmelzen von gemahlenem kristallinen Quarz hergestellt und wird manchmal als Quarzglas bezeichnet. Im Gegensatz zu Quarz hat Quarzglas einen einzigen Brechungsindex. Dieser Index ist bei einer bestimmten Temperatur konstant. Das Material ist härter als Glas und zeichnet sich durch einen außergewöhnlich niedrigen Wärmeausdehnungskoeffizienten aus. Es hat eine hohe Immunität gegen chemischen Angriff. Wenn seine optischen Eigenschaften und die zusätzlichen Kosten angemessen sind, kann Quarzglas ein brauchbares Material für die Herstellung von Refraktometerprismen sein.

Es ist jedoch zu erwähnen, dass Quarzglas eine niedrige Wärmeleitfähigkeit hat, so dass Refraktometer, die dieses Medium verwenden, unter einem langsamen Temperaturausgleich zwischen Probe und Prisma leiden können.

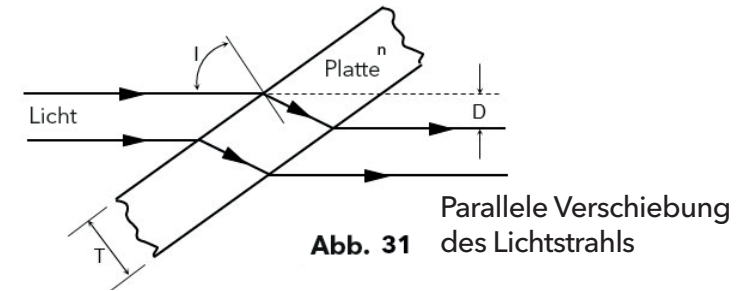


Abb. 31 Parallele Verschiebung des Lichtstrahls

## Saphir ( $Al_2O_3$ )

Korund, Rubin und natürlicher Saphir sind unreine Formen von Aluminiumoxid ( $Al_2O_3$ ). Schmirgel, als sehr hartes Mahlgut bekannt, ist eine Mischung aus Eisenoxid und Korund. Kristalliner Saphir ist bei künstlicher Herstellung farblos. Es ist extrem hart und muss mit Diamantpulver verarbeitet werden. Die Härte des Materials und seine hohe Immunität gegenüber chemischen Angriffen machen das Material zu einer attraktiven Wahl für Refraktometerprismen, bei denen die sehr hohen Kosten gerechtfertigt sind.

Viele moderne digitale Refraktometer, die für industrielle Prozesse entwickelt wurden, verwenden heute standardmäßig künstliche Saphirprismen, so dass Ausfallzeiten aufgrund von Prismenschäden vollständig vermieden werden.

## OPTISCHES MIKROMETER

In optischen Geräten ist es manchmal nützlich, die optische Achse um einen bekannten Betrag zu verschieben.

Abb. 31 zeigt eine geneigte, ebene, parallele Glasplatte, die in einen parallelen Lichtstrahl eingeführt wird, wodurch eine seitliche Verschiebung erzeugt wird. Die Strahlen bleiben nach Verlassen der Platte parallel zur ursprünglichen Richtung.

Ein bekanntes Beispiel dieser Anordnung ist bei einigen Hochgeschwindigkeitskameras zu sehen, bei denen ein rotierender Glasblock das Kamerabild um einen Betrag verdrängt, der eng an die Geschwindigkeit des sich kontinuierlich bewegenden Films angepasst ist, wodurch



die Notwendigkeit einer intermittierenden Filmbewegung vermieden wird.

Im Diagramm:

- T = Dicke der Platte
- n = Brechungsindex der Platte
- I = Einfallswinkel von Licht  
(Neigung der Platte) gemessen  
im Bogenmaß
- D = seitliche Verschiebung des  
Balkens

Bei kleineren Winkelbewegungen der Platte ist die seitliche Verschiebung gegeben durch

$$D = \frac{T I (n-1)}{n}$$

Dies zeigt, dass D unter diesen Bedingungen direkt proportional zu der Neigung (T) der Platte ist.

Wenn das einfallende Licht ein paralleler Strahl ist, treten keine Abbildungsfehler auf. Wenn der Strahl jedoch konvergiert oder divergent ist, bleibt die obige Beziehung annähernd wahr, vorausgesetzt, dass der Neigungswinkel (I) ausreichend klein ist und die Winkelausdehnung des Strahls nicht zu groß ist.

Innerhalb der oben genannten Einschränkungen kann dieses Prinzip in einem Refraktometer verwendet werden, um eine Verschiebung der Grenzlinie relativ zu der Skala zu bewirken. Bei einer solchen Anordnung kann die Messung der Winkelbewegung der Platte günstiger sein als die entsprechende kleine lineare Bewegung der Skala, die andernfalls direkt der Skala zugeführt werden müsste.

## REFRAKTOMETER MIT HOHER GENAUIGKEIT

In einigen Anwendungen kommt es auf die höchstmögliche Messgenauigkeit an. Für diesen Zweck wurden spezielle Instrumente entwickelt.

### Skalen

Die meisten optischen Refraktometer verfügen über eine kalibrierte Skala, von der aus direkt Ablesungen vorgenommen werden können. Diese werden als Geräte mit direkter Ablesung bezeichnet. Beim Ablesen der Skala wird die letzte Ziffer der Ablesung

erhalten, indem die Position der Grenzlinie innerhalb einer Skalenteilung geschätzt wird.

Bei Geräten mit hoher Genauigkeit wird die kalibrierte Skala durch eine gleichmäßig geteilte Skala ersetzt, bei der alle Skalenteilungen identisch sind. Das im Okular gesehene Skalenbild kann so verschoben werden, dass eine an die Grenzlinie angrenzende Trennlinie mit der Grenzlinie in Übereinstimmung gebracht werden kann und der dazu erforderliche Bewegungsumfang auf einer geteilten Trommel in der Art eines Mikrometers angezeigt wird. Tatsächlich wird eine solche Anordnung als Mikrometer-Okular bezeichnet. Alternativ kann ein optisches Mikrometer verwendet werden, um dieselbe Funktion auszuführen. In beiden Fällen werden Fehler, die durch die Notwendigkeit der Abschätzung der Position der Grenzlinie verursacht werden, eliminiert. Außerdem werden alle Kalibrierungsfehler der Skala eliminiert.

Da das Instrument nicht kalibriert ist, muss der Bediener die Messwerte anhand von

vorberechneten Tabellen (bei entsprechender Wellenlänge) interpretieren, die die Messwerte des Instruments mit dem Brechungsindex, der Konzentration der Probe oder einem anderen Parameter in Beziehung setzen. Eine andere Möglichkeit ist die Verwendung einer Tabellenkalkulation oder einer maßgeschneiderten Softwareanwendung, die speziell für die Konvertierung bestimmter Messgeräteskalen in Standardergebnisse wie RI oder Brix entwickelt wurde.

### Vergrößerung

Bei derart hochpräzisen optischen Refraktometern wie dem Immersionsrefraktometer, das Karl Zeiss ursprünglich im 19. Jahrhundert entworfen und hergestellt hat, wird die Gesamtvergrößerung erhöht. Dies ist von Vorteil, wenn Sie mit Probenmaterial arbeiten, das klar definierte Grenzlinien ergibt.

### Messbereich

Um die Vergrößerung dieser optischen Instrumente zu erhöhen, ist es erforderlich, den Instrumentenbereich einzu-

schränken, und es ist üblich, mehrere Prismen anzubieten, die jeweils einen Teil des gesamten Instrumentenbereichs abdecken.

## Grenzlinien-Farbkom-pensation und Licht-quellen

Achromatisierende Geradsich-prismen können eine Quelle für Gerätefehler sein und sind in jedem Fall nur für eine Wellenlänge geradsich-tig. Bei einigen Instrumenten wird bewusst darauf verzich-tet, wobei das Gerät dadurch auf monochromatische Licht-quellen beschränkt wird. Die monochromatische Quelle kann jedoch jede vom Benut-zer gewünschte Wellenlänge haben.

## REFRAKTOMETER, DIE MIT ANDEREN WELLENLÄNGEN ALS NATRIUM-D VERWENDET WERDEN

Die meisten Refraktometer werden entweder mit einer weißen Lichtquelle zusammen mit einer Art Farbkompensation oder mit einer Spektral-quelle verwendet. Hauptsächlich wird Natriumlicht genutzt. Eine andere, weniger ge-bräuchliche Quelle ist Queck-silberlicht. Refraktometer des Abbe-Typs, die eine externe Quelle verwenden können, sind besonders geeignet für die Messung des Brechungsindex bei speziellen Wellenlängen.

Wenn Kompensationsprismen (DVs) verwendet werden, ist es erforderlich, die Position der Prismen exakt in eine neutrale Position zu bringen, da sonst erhebliche Fehler auftreten. Gegebenenfalls werden von den Geräteherstellern die Refraktometer zusammen mit Korrektortabellen gelie-

fert. Der RI der Probe wird mit Hilfe eines Korrekturwertes aus der Tabelle ermittelt, die dem angezeigten Index auf der Standardskala hinzugefügt oder davon abgezogen werden muss.

Instrumente des Abbe-Typs mit hoher Genauigkeit werden manchmal im Infrarotbereich verwendet, hauptsächlich bei festen Materialien und bestimmten Ölprodukten. Infrarotwellenlängen werden häufig in Mikrometern gemessen (üblicherweise als Mikron bezeichnet). Ein Mikrometer ist 1/1000 mm oder  $10^{-6}$  Meter (m). Glasoptische Komponenten, wie sie in normalen Refraktometern verwendet werden, übertragen Nah-Infrarot, beginnen jedoch bei Wellenlängen von 1,5 bis 2  $\mu\text{m}$  das Licht zu absorbieren, wodurch der nutzbare Bereich des Instruments begrenzt wird. Unerwünschtes sichtbares Licht von der Quelle kann durch Infrarotfilter entfernt werden.

Die Grenze kann mit geeigneten Bildwandlern oder je nach Wahl mit Videogeräten angezeigt werden. Wenn Videoka-

meras verwendet werden, wird empfohlen, das Raster senkrecht zur Grenzlinie anzuordnen.

Im Infrarotbereich wird die Detektion der Grenzlinie meist mit Photodioden durchgeführt, da diese Detektoren in diesem Bereich besonders empfindlich sind. Als Lichtquellen werden häufig Leuchtdioden (LEDs) verwendet, die im nahen Infrarotbereich eine hohe Emission aufweisen (typischerweise einen Peak bei etwa 940 nm).

## ELEKTRONISCHE REFRAKTOMETER

Automatische elektronische Refraktometer sind von besonderem Wert, wenn eine große Anzahl von Messungen routinemäßig erforderlich ist, beispielsweise in einem industriellen Bereich, um das Verhalten eines kommerziellen Produkts zu überwachen.

Wenn nur ein seltener Gebrauch des Instruments gefordert wird, der auf wenige Messungen pro Woche beschränkt ist, bietet die Ver-

wendung eines rein optischen Instruments aus Gründen der Zuverlässigkeit und Genauigkeit sowie der Kosten Vorteile.

Im Wesentlichen verwenden elektronische Refraktometer die bewährten optischen Prinzipien genau wie in herkömmlichen optischen Modellen. Die wichtigste Änderung, die auftritt, ist das Ersetzen des Auges durch ein Lichtmess-element wie eine Fotozelle, um die Position der Grenzlinie zu bestimmen. Die Ausgabe des Detektors kann dann auf vielfältige Weise zur Darstellung der Messung verwendet werden.

In der Vergangenheit war das Hauptproblem bei der Entwicklung dieser Instrumente das Entwerfen eines Erfassungssystems mit ausreichender Genauigkeit und Zuverlässigkeit. Heute ist diese Zuverlässigkeit und Genauigkeit jedoch mit einigen Instrumenten erreichbar, die Messungen des Brechungsindex mit einer Wiederholbarkeit bis zu 6 Dezimalstellen oder mehr bzw. 3 Dezimalstellen °Brix durchführen können.

Damit solche Detektorsysteme stabil und konsistent arbeiten können, ist es wichtig, die Beleuchtungsstärke von der Lichtquelle aus zu steuern. Daher haben elektronische Instrumente normalerweise eine eingebaute Lichtquelle und arbeiten im Reflexionsmodus. Die Funktionsweise von vier typischen elektronischen Refraktometern wird im Folgenden beschrieben. Detaillierte Informationen finden Sie im Anhang.

## Photometrisches Refraktometer

Eine einzelne Photozelle ist in der Brennebene der Linse angeordnet, um den gesamten Instrumentenbereich abzudecken. Das Ausgabesignal der Zelle hängt dann von der Position der Grenzlinie in der Zelle ab. Eine zweite Zelle, die nahe der ersten Zelle und im hellen Teil des Feldes angeordnet ist, wird verwendet, um die Beleuchtung von der Lichtquelle zu überwachen. Informationen aus diesen beiden Zellen werden dann kombiniert, um die Position der Grenzlinie und damit den Brechungsindex der Probe zu bestimmen.

## Scan-Refraktometer

Bei diesen Instrumenten wird das Sichtfeld (Brennebene der Linse) im Wesentlichen über einen festen Detektor gescannt. Wenn der Detektor vom dunklen Teil des Feldes bedeckt ist, ist das Signal niedrig.

Wenn die Grenzlinie den Detektor überschreitet, kommt es zu einer plötzlichen Leistungssteigerung. Die Position des Scans bei Auftreten dieses Ereignisses wird gemessen und als Brechungsindex interpretiert.

## Mechanische Scan-Refraktometer (frühe RFM-Typen - Bellingham + Stanley)

Dies sind auch Abtastinstrumente, unterscheiden sich von den obigen jedoch darin, dass keine Linse verwendet wird und der Detektor so angeordnet ist, dass er schräg über das Strahlenbündel gescannt wird, das sich aus dem Prisma ausbreitet. Siehe Abbildung 20.

## Elektronische Scan-Refraktometer (Fotodioden-Arrays)

Ein kurzer Hinweis auf diese Art von Instrument wurde bereits gemacht (Abb. 21). Weitere Informationen finden Sie im Anhang.

## KOMBINIERTE PHYSIKALISCHE MESSUNGEN

Refraktometer liefern Informationen über einen Stoff durch Messung des Brechungsindex. Durch Messungen über einen Wellenlängenbereich werden weitere Daten zur Dispersionskraft der Substanz bereitgestellt. In einigen Fällen, insbesondere in der Erdölindustrie, können Brechungsindexmessungen im Infrarotbereich von besonderem Interesse sein. Noch mehr Daten können aus zusätzlichen Messungen der Dichte erhalten werden. Jeder weitere physikalische Parameter, der bestimmt werden kann, sammelt Wissen über die Art des Stoffes oder seinen Zustand während eines industriellen Prozesses.

Für die Bestimmung des Alkoholgehalts eines (fertigen) Weins müssen beispielsweise zwei verschiedene Parameter, der Brechungsindex und die Dichte, gemessen werden (siehe Anhang - unter Skalen).

Die Messung der Brechungsindex-gekoppelten Absorption einer Lösung kann bei der Gesamtbewertung ebenfalls von Wert sein.

Noch mehr Informationen liefert die Messung der Azidität einer Flüssigkeit (pH-Wert oder Säurekonzentration, bestimmt durch Titration).

Die Kombination von physikalischen Messungen zusammen mit Brechungsindexmessungen bietet viele Möglichkeiten zur schnellen Ermittlung erforderlicher Informationen über bestimmte Proben. Dabei muss jeder Fall individuell behandelt werden.

## ZUBEHÖR

### Durchflussmesszellen

Durchflussmesszellen werden hauptsächlich bei automatischen Refraktometern verwendet. Grundsätzlich besteht die Zelle aus einem flüssigkeitsdichten Behälter, der um und über dem Prisma befestigt ist. Die Zelle ist so ausgelegt, dass Probenflüssigkeit über ein Zufuhrrohr oder einen Trichter in den Behälter geleitet werden kann, um das Prisma zu fluten. Nach der Ablesung wird die Probenflüssigkeit aus der Zelle entleert.

*Vorteile:* Automatisierung mit Probenehmer und Pumpe für Prüflaboratorien; oder Halbautomatisierung der Probenaufgabe und -reinigung, insbesondere in der Zuckerindustrie sowie in Produktionslinien für Erfrischungsgetränke

Eine Temperatursonde kann in der Zelle und möglicherweise in der Probe selbst eingebaut sein, um die tatsächliche Temperatur der Probe abzulesen, wodurch Temperaturgradientenfehler reduziert werden.

Wenn aufeinanderfolgende Proben nicht inkompatibel sind, kann jede Probe die Reste der vorherigen Probe ausspülen und somit eine schnelle Probenahmegeschwindigkeit bereitstellen, ohne dass das Prisma nach jeder Messung gereinigt werden muss.

Wo erforderlich, kann die Zelle für kontinuierliche Durchflussmessungen verwendet werden, um Änderungen zu überwachen, die in einem Labor- oder Industrieprozess stattfinden, möglicherweise neben anderen Instrumenten wie einem Dichtemessgerät oder einem Polarimeter.

Aufgrund der relativ großen Flüssigkeitsmenge sind Fehler aufgrund der Verdampfung der Probe minimal.

*Nachteile:* Im Vergleich zu den Anforderungen des Refraktometers im Standalone-Modus benötigt die Durchflussmesszelle eine größere Probenmenge, um das Durchspülen sicherzustellen.

Die Zelle ist nicht für hochviskose Materialien geeignet, die Rohre und Durchgänge blockieren könnten.

Wenn sich die Probe nicht bereits auf der vom Temperatursteuergerät eingestellten Zelltemperatur befindet, muss Zeit zur Stabilisierung der Proben temperatur eingeräumt werden. Dies kann etwas länger dauern, da es sich um eine größere Probenmenge handelt.

### Zelle für flüchtige Flüssigkeiten

Diese Zelle, die speziell zur Vermeidung von Probenverdampfungsproblemen entwickelt wurde, ist im Anhang beschrieben (siehe RI-Messung flüchtiger Lösungen).

### Zelle für Differenzmessungen

Die folgende Anmerkung bezieht sich hauptsächlich auf die Verwendung der Zelle an einem Instrument wie dem Abbe, das im Durchlichtmodus arbeitet.

# Refraktometrie-Fibel

Durch die Verwendung einer Differentialzelle können zwei flüssige Proben zur Indexmessung miteinander verglichen werden. Die Zelle besteht aus zwei Kammern, die durch eine dünne Glaswand getrennt sind. Die Basis der Zelle ist eine parallele Glasplatte mit hohem Brechungsindex. Die Zelle wird auf der Prismenoberfläche unter Verwendung einer Kontaktflüssigkeit wie Monobromnaphthalin angeordnet, um Luft von der Grenzfläche auszuschließen. Die Trennwand ist zentral positioniert, um entlang der Hauptachse des Prismas zu laufen.

Die Referenz- und unbekannt Proben werden jeweils in eine der beiden Zellen eingeführt. Die Lichtquelle befindet sich in Höhe der oberen Oberfläche der Grundplatte der Zelle. Man kann zwei Grenzlinien sehen, die sich von der linken und rechten Seite des Feldes erstrecken und sich in der Mitte bei dem Fadenkreuz leicht überlappen. Die Differenz in RI oder Konzentration wird bestimmt, indem man beide Grenzlinien nacheinander abliest.

Der große Vorteil solcher Messungen besteht darin, dass nach Erreichen des thermischen Gleichgewichts die Referenz und die Probe unter identischen Bedingungen verglichen werden. Sogar ein Indexunterschied, der weit über das normale Auflösungsvermögen des Refraktometers hinausgeht, ist sofort messbar.

Es ist anzumerken, dass aufgrund der Bilderzeugungsoptik eine Umkehrung des Sichtfelds vorliegt. Die Grenze der Probe in der linken Kammer erscheint rechts vom Feld.

## Polarisierendes Okular

Für das Arbeiten mit doppelbrechenden Materialien und als Hilfsmittel zur Steuerung der Lichtintensität beim Einsatz von Lasern stehen polarisierende Okulare zur Verfügung.

## Probenpresse

Eine Probenpresse kann bei bestimmten Instrumententypen sehr nützlich sein, insbesondere bei automatischen Instrumenten, die im Reflexionsmodus arbeiten, wobei sie das Beleuchtungsprisma der herkömmlichen Prismenbox ersetzen.

Die Presse drückt die Probe in einen dünnen Film aus und bringt sie in engen Kontakt mit der Prismenoberfläche. Sie verhindert auch das Verdampfen der Probe und schließt unerwünschtes Licht aus.

Bei Refraktometern, die eine Peltier-Temperaturregelung enthalten, hat eine Probenpresse (oder eine Abdeckung) den zusätzlichen Vorteil, dass sie die kontrollierte Prismenoberfläche umschließt, wodurch eine Mikroumgebung geschaffen wird, so dass die Peltier-Temperierung hinsichtlich Präzision und Geschwindigkeit der Steuerung effizienter arbeitet.



## ANHANG

### VERBINDUNG ZWISCHEN LICHTGESCHWINDIGKEIT UND BRECHUNGSINDEX

Es wurde bereits auf das Gesetz von Snellius verwiesen, das sich mit der Lichtbrechung und der Lichtgeschwindigkeit befasst. Die Ableitung dieses Gesetzes wird aus der folgenden vereinfachten Erklärung ersichtlich.

Abb. A1 zeigt einen Lichtstrahl, der vom Vakuum in ein Material, z. B. Glas, gelangt. Zu einem bestimmten Zeitpunkt hat die "Vorderseite" des Lichtstrahls eine Position OX erreicht. Von Punkt X aus geht das Licht an der Grenze des Strahls weiter zu Punkt Y an der Grenzfläche, der die mit X bezeichnete Entfernung XY zurückgelegt hat, die als A bezeichnet wird. In dieser Zeit ist das Licht an der gegenüberliegenden Grenze in das Glas eingetreten und die Strecke B eingedrungen, um am Punkt P anzukommen. Die Position der Wellenfront ist jetzt bei PY. Obwohl die Wegabstände A und B unterschiedlich sind, sind die Laufzeiten der Lichtstrahlen natürlich gleich.

Sei  $S_v$  = Lichtgeschwindigkeit im Vakuum  
 $S_g$  = Lichtgeschwindigkeit im Glas  
 $T$  = Zeit, um die Abstände A und B zu durchqueren

Distanz = Geschwindigkeit x Zeit

$$\begin{aligned} \text{d.h. } A &= S_v \times T \\ B &= S_g \times T \end{aligned}$$

$$\text{Daher } \frac{S_v}{S_g} = \frac{A}{B}$$

Aber nach der ursprünglichen Definition

$S_v / S_g =$  Brechungsindex von Glas

$$\text{Das heißt } n = A/B \quad (1)$$

Bei Betrachtung der beiden Dreiecke OYX und OPY ergibt sich

$$\begin{aligned} \text{Winkel XOY} &= (i) \\ \text{Winkel OYP} &= (r) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sin(i) &= A/D \\ \sin(r) &= B/D \end{aligned}$$

$$\frac{\sin i}{\sin r} = \frac{A/D}{B/D} = \frac{A}{B}$$

$$\text{Damit gilt: } n = \frac{\sin(i)}{\sin(r)}$$

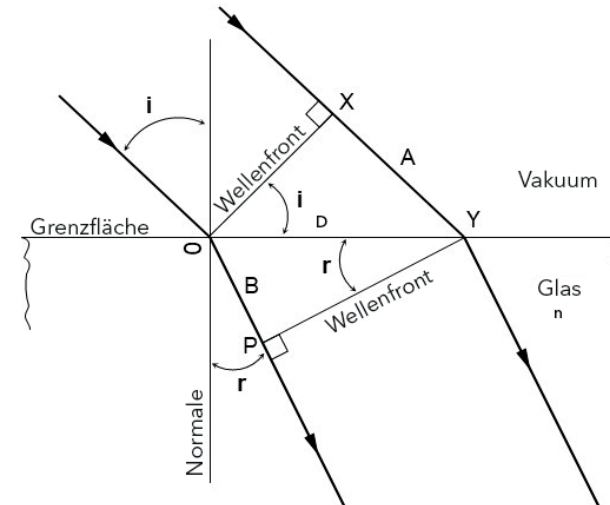


Abb. A1 Licht: Vakuum zu Material

### FOKUSSIERUNG DER OKULARE

#### Dioptrien

Die Dioptrie (D) ist grundsätzlich eine Maßeinheit und kann als der Kehrwert einer Länge L definiert werden, wenn L in Metern ausgedrückt wird.

Die Brechkraft einer Linse der Brennweite L Meter ist definiert als  $1 / L$  Dioptrien (D). Wenn die Brennweite beispielsweise 500 mm beträgt, gilt Folgendes:

$L = 0.5$  Meter, und  $D = 1/0.5$ , so dass  $D = 2$  Dioptrien. Dioptrien werden manchmal in anderen Zusammenhängen in der Optik verwendet. So können Krümmungen von Oberflächen in Dioptrien gemessen werden. Die Messungen würden sich dann auf den Kehrwert des Krümmungsradius (in Metern) beziehen.

[Die Ablenkung des Lichts durch ein Prisma wird manchmal ausgedrückt als Zentimeter pro Meter Weglänge, und hier wird durch Konvention eine Auslenkung von einem Zentimeter als eine Prismadioptrie definiert]

# Refraktometrie-Fibel

## Vergrößerung

Betrachten Sie das in Abbildung 11 dargestellte einfache Refraktometer. Das Design eines solchen Instruments ist durch bestimmte praktische Einschränkungen begrenzt. Um das Instrument mit handhabbaren Abmessungen herzustellen, muss der Abstand  $L$  begrenzt werden und somit auch die Länge von  $QR$  der Skala, die typischerweise etwa 10 mm betragen kann.

Abbildung A2 zeigt eine solche Skala, und um die Einteilungen klar erkennen zu können, muss der Winkel  $A$  ausreichend vergrößert werden.

Bei einer 10 mm langen Skala müsste die Skala so nah am Auge sein, dass der Betrachter

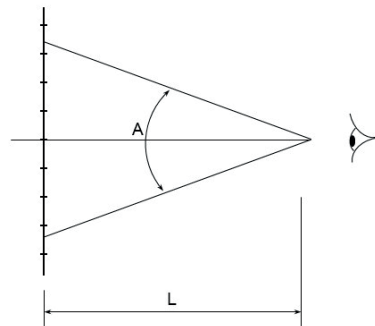


Abb. A2 Skala mit begrenzter Länge

sein Auge nicht darauf fokussieren kann, wobei zu berücksichtigen ist, dass etwa 25 cm normalerweise als kürzester Betrachtungsabstand für die meisten normalen Erwachsenen akzeptiert wird.

Um dieses Problem zu überwinden, wird wie in Abb. A3 eine Linse vor dem Auge platziert.

Diese Linse wird als Augenlinse bezeichnet. Diese Augenlinse erzeugt ein virtuelles Bild der Skala ( $O$ ) in einer Position weiter vom Auge entfernt, an der das Auge deutlich auf das Skalenbild fokussieren kann. Wenn sich das Auge in der Nähe der Augenlinse befindet, bleibt der Winkel  $A$  im Wesentlichen unverändert.

Das Bild wird als virtuell bezeichnet, da das Licht durch die Wirkung der Linse lediglich scheinbar aus dem Bild austritt, dies jedoch nicht tut. Bei einem realen Bild durchläuft das Licht tatsächlich das Bild, welches möglicherweise auf einem Bildschirm gesehen wird.

Durch Konvention kann die Vergrößerung als  $250 \text{ mm} / F$  (mm) definiert werden, wobei  $F$  die Brennweite der Linse ist. Eine Augenlinse mit einer Brennweite von 50 mm hätte also eine Vergrößerungsstärke von  $250 \text{ mm} / 50 \text{ mm} = 5$ -fach.

Die obigen Ausführungen beziehen sich auf die Vergrößerung der Skala durch die Augenlinse. Betrachten Sie Abb. A3. Um die Vergrößerung des Instruments als Ganzes zu erhalten, müssen Sie es als Teleskop behandeln. Hier wird die Vergrößerung durch das Verhältnis  $L / F$  angegeben, und dies ist die Vergrößerung an der Grenzlinie. Daraus folgt, dass für eine maximale Vergrößerung der Grenzlinie der Abstand ( $L$ ) im Vergleich zu  $F$  vergrößert werden muss.

Es kann durchaus die Frage gestellt werden, welche Vergrößerung bei einem Refraktometer verwendet werden sollte. Im Falle eines Teleskops,

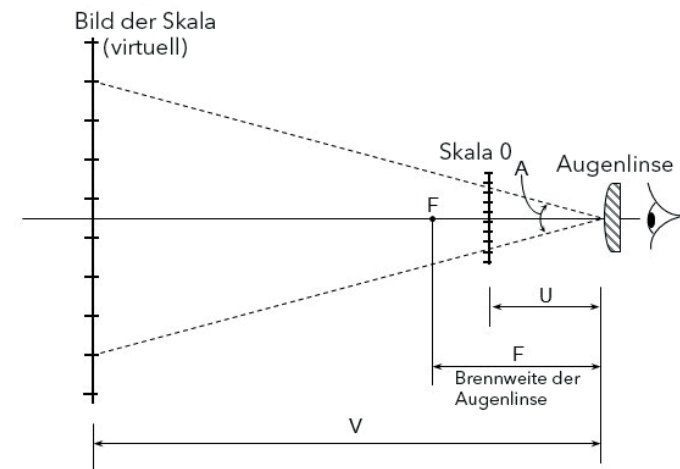


Abb. A3 Vergrößerung durch eine Linse

# Refraktometrie-Fibel

das ein entferntes Objekt betrachtet, ist die Vergrößerung durch die optischen Aberrationen innerhalb des Teleskops oder des Auges des Beobachters begrenzt, und ab einem bestimmten Punkt ist kein Vorteil durch eine zunehmende Vergrößerung zu erzielen.

Im Fall des Refraktometers wird die Bildqualität im Allgemeinen nicht durch die optischen Komponenten des Instruments begrenzt, sondern durch die Art der Probe und ihre Fähigkeit, eine genau definierte Grenzlinie zu erzeugen. Wenn die Grenzlinie natürlich unscharf ist, erhöht jede Vergrößerung nur die Unschärfe, ohne dass ein Gewinn bei der Ablesegenauigkeit erzielt wird

## Fokussierbereich

Die Vergrößerung  $V$  kann einfach durch Änderung des Abstands  $U$  geändert werden, entsprechend der Beziehung:  $1/V = 1/U + 1/F$ , wobei  $F$  die Brennweite der Linse ist. Dann stellt sich die Frage, welchen Wert  $V$  haben soll. Dies muss von der Wahl des Beobachters abhängen. Ein Beobachter mit „normaler“

Sicht kann sich dafür entscheiden, das Auge entspannen zu lassen, als würde er auf ein weit entferntes Objekt fokussieren. Hier wäre der Abstand  $V$  sehr groß (unendlich). Die Entfernung ( $V$ ) könnte dann in Form von  $1/V$ -Metern angegeben werden, die 0 Dioptrien betragen würden.

Andere Beobachter werden es vorziehen,  $V =$  etwa 250 mm (0,25 Meter) einzustellen.

$$V = 1 / 0,25 \text{ Meter} = 4 \text{ Dioptrien}$$

Die Änderung in  $U$ , d.h. die Bewegung  $R$  der Linse, um diese Änderung ab 0 Dioptrien zu bewirken, wäre 0 bis 4 D-Fokussierbereich.

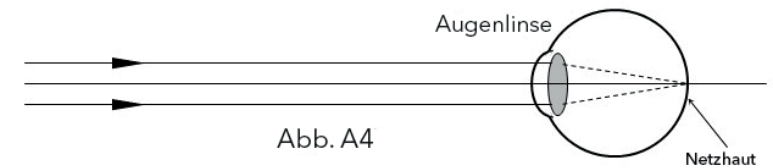
Optische Instrumente wie Ferngläser, die mit schraubenförmig fokussierenden Okularen ausgestattet sind, haben Okularfokussierungsskalen, die sich in einen Bereich erstrecken, der durch negative Zahlen gekennzeichnet ist, und die Bedeutung dieser negativen Zahlen wird nachstehend kurz erläutert.

Fig. A4 zeigt ein normales Auge, das Licht von einem entfernten Punkt fokussiert, von dem aus die Strahlen als parallel betrachtet werden können.

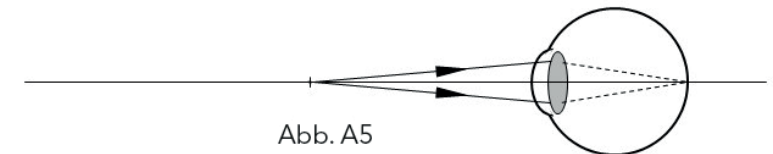
Abbildung A5 zeigt dasselbe Auge, das die Strahlen von einem Punkt näher am Auge fokussiert. Hier ändert die Linse des Auges ihre Krümmung, um die Strahlen wieder auf die Netzhaut zu fokussieren. Dieser Vorgang wird als *Akkommodation* bezeichnet, eine Funktion, die sich leider

mit dem Alter verschlechtert. Es ist zu beachten, dass in den dargestellten Fällen das einfallende Licht entweder parallel oder divergent ist.

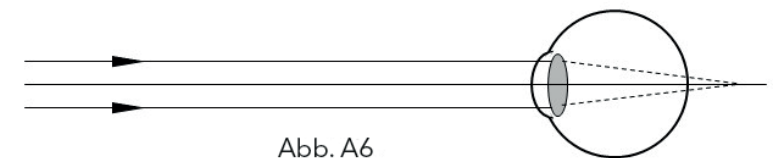
Es gibt einen Augendefekt, der als Weitsichtigkeit, *Hypermetropie*, bekannt ist, bei dem der Augapfel zu kurz oder die Linse zu schwach ist, um es dem Auge zu ermöglichen, paralleles Licht auf die Netzhaut zu fokussieren. Ein solches Auge ist in Abbildung A6 dargestellt. Wenn Sie das Objekt näher an den Betrachter heranbringen,



Normales Auge: Parallele Strahlen



Normales Auge: kurzer Betrachtungsabstand, divergente Strahlen



Weitsichtiges Auge



# Refraktometrie-Fibel

wird das Netzhautbild weiter nach rechts auf der Netzhaut verschoben und das Objekt wird noch unschärfer.

Diese Situation kann behoben werden, indem die Augenlinse von der Skala wegbewegt wird (siehe Abb. A7), so dass  $U$  größer als  $F$  wird. Das virtuelle Bild verschwindet nun und die Lichtstrahlen werden umgeleitet, als würde ein Bild rechts des Auges entstehen. Wenn das Auge wegbewegt würde, wäre das Skalenbild ein echtes invertiertes Bild, d.h. die Strahlen würden tatsächlich das Bild projizieren. Der Abstand dieses Bildes nach rechts hinter der Augenposition wird in Dioptrien auf dieselbe Weise gemessen wie im Fall des Bildes des virtuellen Maßstabs, das vor dem Betrachter erscheint.

Wir haben jetzt zwei Zustände. Bei dem ersten Zustand liegt der Brennpunkt  $F$  links von der Skala. In diesem Bereich werden die Fokussierbewegungen der Augenlinse als positiv betrachtet. Bei dem zweiten Zustand liegt der Brennpunkt  $F$  rechts von der Skala. In dieser Region werden die Fokussierbewegungen als negativ betrachtet. Wenn der Brennpunkt in der Ebene der Skala liegt, sieht das normale Auge die Skala im Unendlichen und diese Position auf der Fokusskala des Okulars wird mit Null bezeichnet.

## Okular-Typen

Im vorherigen Abschnitt des Anhangs wurde das Verhalten einer einzelnen Linse beschrieben, die als Okular verwendet wird. Ein solches Okular hätte jedoch eine sehr eingeschränkte Leistung und würde

bei geringer Vergrößerung und schlechter Beleuchtung nur ein eingeschränktes Sichtfeld bereitstellen.

Aus diesem Grund verwenden Okulare normalerweise mindestens zwei Linsen. Es gibt viele verschiedene Okularausführungen, abhängig von dem erforderlichen Winkelbereich, der Vergrößerung, dem Augenabstand usw. In den Abbildungen A8 bis A12 sind einige recht häufig vorkommende Typen dargestellt.

Für viele Anwendungen ist ein Zwei-Linsen-Okular aus einer Augenlinse und einer Feldlinse ausreichend. Ein solches Okular, das in Abb. 9 gezeigt ist, ist als Ramsden (positives) Okular bekannt. Die Feldlinse befindet sich normalerweise ziemlich nahe an der Skala. Die Augenlinse ist mechanisch mit der Feldlinse gekoppelt und wird als Einheit bewegt, wenn

das Okular fokussiert wird. Manchmal ist jedoch die Feldlinse fest, und die Fokussierung erfolgt dann allein durch die Augenlinse. In diesem Fall befindet sich die Skala möglicherweise nicht auf einem separaten Substrat, sondern direkt auf der flachen Oberfläche der Feldlinse.

Bei dieser Art von Okularen wird manchmal eine Augenlinse verwendet, die optisch für Farbfehler korrigiert ist. Die Augenlinse hat dann üblicherweise die Form eines *Dubletts*, das zwei Linsen aus unterschiedlichem Glas umfasst, die miteinander verklebt sind. Dieses Okular ist als achromatisiertes Ramsden- oder Kellner-Okular bekannt und findet viele Anwendungen in optischen Instrumenten zur Betrachtung von Skalen und wird häufig in Refraktometern, Teleskopen und Prismenferngläsern verwendet.

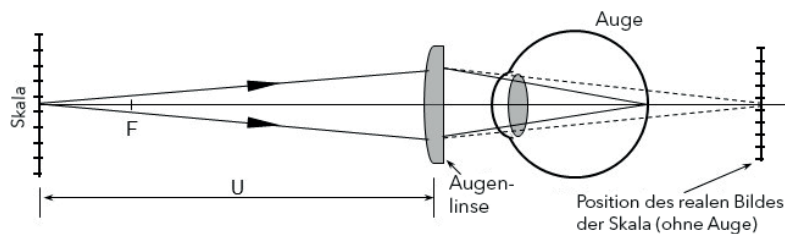


Abb. A7 Behebung des Weitsichtigkeitsfehlers

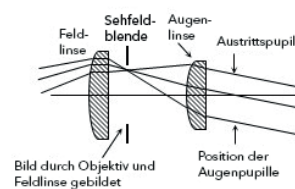


Abb. A8 Huygens-Okular

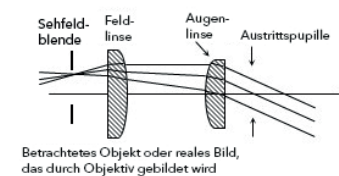


Abb. A9 Ramsden-Okular

# Refraktometrie-Fibel

Die Feldlinse hat zwei Funktionen: Sie „sammelt“ die von der Skala ausgehenden divergenten Strahlen (siehe Abbildungen A13 und A14) und leitet sie in einer weniger divergenten Richtung weiter, so dass sie durch die Augenlinse fällt. Da sich die Feldlinse in der Nähe der Skalierung befindet oder mit dieser koplanar ist, hat sie wenig Einfluss auf die Vergrößerung des Okulars insgesamt, die hauptsächlich durch die Augenlinse bestimmt wird.

Da Licht, das bei Fehlen der Feldlinse verloren gehen würde, nun durch die Augenlinse geleitet wird, wird das gesamte Sichtfeld beleuchtet und nicht nur ein kleiner Fleck in der Mitte des Feldes.

Der zweite wichtige Vorteil der Feldlinse besteht darin, dass der Okular designer dann zwei Linsen hat, die in geeigneter Kombination zu verbesserten optischen Eigenschaften führen können. Während die Augenlinse hauptsächlich die Vergrößerung des Okulars steuert, spielt die Feldlinse eine wichtige Rolle bei der Bestimmung des Augenabstands.

Aus den Abbildungen A13 und A14 ist ersichtlich, dass für einen gegebenen Augenabstand das Blickfeld im Allgemeinen durch die Durchmesser der Augen- und Feldlinsen bestimmt wird.

Abbildung A8 zeigt zwei Arten von Zwei-Linsen-Okularen, die in einigen Instrumenten, insbesondere Mikroskopen, verwendet werden. Bei dem (negativen) Okular von Huygens liegt die relevante Brennebene (in der sich die Skala befinden müsste) zwischen der Augenlinse und der Feldlinse. Folglich eignet sich dieser Okulartyp nicht für die direkte Betrachtung von Skalen und wird normalerweise nicht in optischen Refraktometern gefunden.

## EINTRITTS- UND AUSTRITTS-PUPILLEN

Die optischen Systeme bestimmter Instrumente wie Teleskope, Mikroskope, Ferngläser, Refraktometer usw., die Okulare verwenden, können als „Black Box“ betrachtet werden, die alle notwendigen optischen Komponenten,

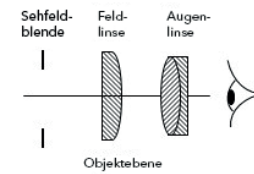


Abb. A10 Kellner Okular

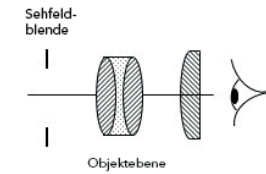


Abb. A11 Orthoskopisches Okular

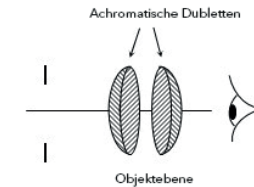


Abb. A12 Symmetrisches Okular

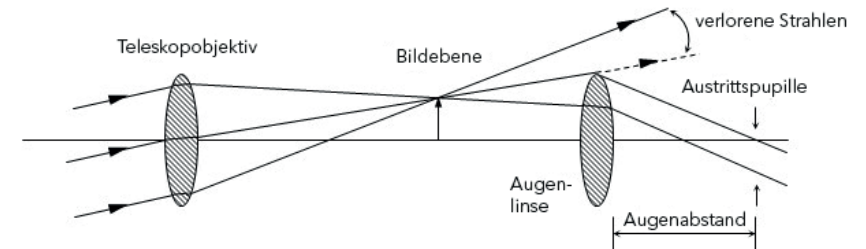


Abb. A13 Teleskop ohne Feldlinse

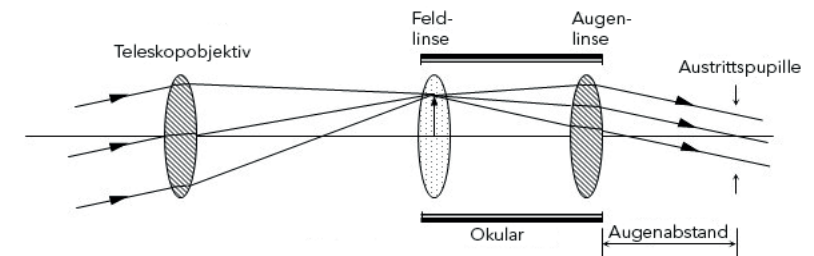


Abb. A14 Funktion der Feldlinse

# Refraktometrie-Fibel

Linsen, Spiegel, Prismen usw. enthalten. Dies ist in den Abb. A15 und A16 schematisch dargestellt.

Die Optik innerhalb des Kastens erzeugt ein virtuelles Bild des zu betrachtenden Objekts, beispielsweise eine Skala, in einem geeigneten, normalerweise einstellbaren Abstand vom Auge des Beobachters, wie durch den Pfeil in der Abbildung angezeigt.

Licht von einer externen Quelle tritt durch eine Öffnung in die Box ein, durchdringt die Box und tritt schließlich durch eine zweite Öffnung aus. Nun ist das optische System in der Box so konstruiert, dass das Licht nach Verlassen der zweiten Öffnung konvergiert und durch eine imaginäre kleine Öffnung von etwa 8 mm bis 20 mm vor der Box läuft, wie in der Figur gezeigt. Diese kleine, normalerweise kreisförmige, imaginäre Apertur, durch die das gesamte Licht hindurchtreten muss, wird als Austrittspupille des Systems bezeichnet. Die Austrittspupille kann als ein reales Bild der Öffnung in der Vorderseite der Box betrachtet werden, wo das

Licht zuerst eintritt. Diese erste Öffnung wird als Eintrittspupille bezeichnet. Bei Refraktometern kann die Eintrittspupille die freie Apertur des Objektivs oder des Prismensystems sein.

Das Auge kann nur Licht aufnehmen, das in die Augenpupille fällt. Der Durchmesser liegt je nach Beleuchtungsstärke zwischen etwa 2 mm und 8 mm. Abbildung A16 zeigt das in der Austrittspupille des Instruments angeordnete Auge. Wenn die Austrittspupille größer ist als die Pupille des Auges, dringt etwas Licht nicht in das Auge ein, sondern geht verloren. Der Abstand von der „Schachtel“ oder dem Okular bis zur Austrittspupille, an der das Auge platziert werden muss, wird als Augenabstand bezeichnet und soll dem Betrachter Platz für Wimpern oder Brillen lassen.

Aus den oben genannten Gründen müssen Größe und Position der Austrittspupille bei der Gestaltung aller visuell-optischen Instrumente immer berücksichtigt werden. Die Austrittspupille ist, wie oben erwähnt, ein reales Bild der Eintrittspupille. Dies be-

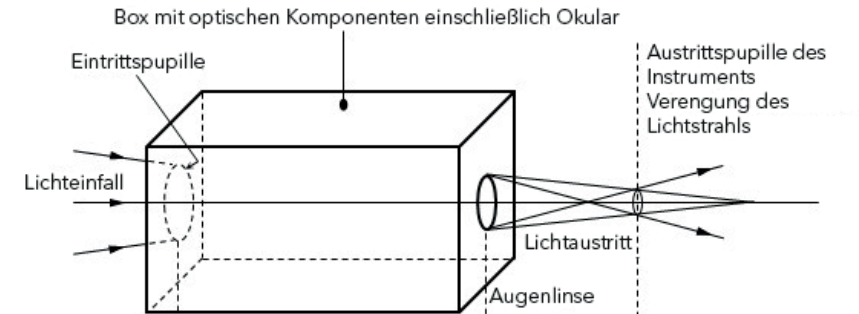


Abb. A15

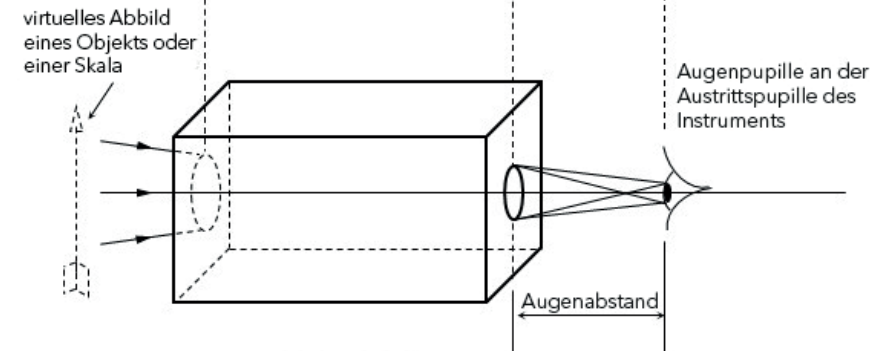


Abb. A16

Optisches System als "Black Box"

deutet, dass das Bild mit einer Handlupe betrachtet werden kann, als wäre es ein fester Gegenstand. Dies ist im Fall des Refraktometers von Interesse, da die Lupe durch eine kleine Refokussierung auch ein Bild des Probenfilms auf der Arbeitsfläche des Prismas zeigen kann. Dies bietet eine sehr bequeme Methode zum Überprüfen der Beleuchtung der Probe und zum Erkennen der Anwesenheit von Luftblasen in der Probe. Das Vorhandensein einer kleinen Anzahl von kleinen Blasen, die mehr oder weniger gleichmäßig über die Prismenoberfläche verteilt sind, ist normalerweise nicht von großer Bedeutung. Zu viele Blasen würden die Abbildungen der Grenzlinie stören. Wenn die Blasen nach erneuter Applikation der Probe bestehen bleiben, kann dies auf falsch ausgerichtete Prismen hindeuten. Durch eine Refokussierung der Handlupe können auch Teile des Instruments im Inneren und Fremdlichtquellen identifiziert werden.

## FARBFILTER

Es gibt verschiedene Arten von Farbfiltren, die in Refraktometern verwendet werden können.

### 1. Gelatinefilter

Diese bestehen aus gefärbten Gelatinefilmen, die normalerweise zwischen Glasplatten angebracht sind, um die Weichgelatine vor Beschädigungen zu schützen.

### 2. Glasfilter

Diese werden üblicherweise durch Zusatz von Metallsalzen, zur Glasschmelze hergestellt. Sie werden häufig in optischen Instrumenten verwendet, um unerwünschte Farben zu reduzieren und die Schärfe von Skalenbildern zu verbessern.

### 3. Interferenzfilter

Dieser Filtertyp besteht aus einem Glassubstrat, auf dem sehr dünne Beschichtungen aus verschiedenen Materialien (Magnesiumfluorid, Zinksulfid usw.) abgeschieden werden. Die Dicke jeder Beschichtung ist ein Bruchteil einer Wellenlänge, und der Filter

wirkt durch die Interferenz des Lichts innerhalb der Beschichtungen. (Alle Elemente des Filters sind an sich farblos). Farbe, die durch einen solchen Interferenzprozess erzeugt wird, führt z.B. zu dem bekannten Schillern einer Seifenblase oder dem "Feuer" eines Opals.

Interferenzfilter sind äußerst vielseitig und können für eine Vielzahl von Farbanforderungen entwickelt werden. Durch die Verwendung einer Anzahl sorgfältig kontrollierter Schichten und in Kombination mit anderen Filtern können sehr schmale Wellenlängenbereiche erreicht werden.

Bei Refraktometern ist jedoch zu berücksichtigen, dass je schmaler der durchgelassene Wellenlängenbereich ist, desto schwächer ist die Ausleuchtung des Sichtfeldes. In den meisten Fällen ist ein Filter mit einem breiteren Übertragungsbereich in Verbindung mit einer Spektralquelle zu bevorzugen.

## OPTISCHE OBERFLÄCHENBEHANDLUNGEN

Verschiedene Arten der Oberflächenbehandlung finden sich an den optischen Komponenten von Instrumenten.

### Spiegel

Spiegel können als Vorderflächenspiegel oder auf der Rückseite verspiegelte, transparente Trägermaterialien sein. Letztere, die versilbert sein können, haben den Vorteil, dass die reflektierenden Oberflächen durch einen Träger ausreichend vor atmosphärischen Beschädigungen geschützt werden können. Aus diesem Grund werden solche Spiegel z.B. für Garderoben- oder Badezimmer Spiegel verwendet.

Der Nachteil ist jedoch, dass diese Spiegel auch etwas Licht von der vorderen Luft-Glas-Grenzfläche reflektieren, wodurch Geisterbilder entstehen, die in optischen Instrumenten nicht akzeptabel sind. Vorderflächenspiegel, die keine Geisterbilder erzeugen, werden normalerweise durch

Abscheidung von reinem Aluminium durch Verdampfen im Vakuum gebildet. (Silber hat einen etwas höheren Reflexionsgrad als Aluminium, läuft aber bald an). In den ersten Monaten nach der Abscheidung ist das Aluminium weich und sollte möglichst nicht gereinigt werden. Später wird der Film aufgrund von Oxidation härten und kann dann leicht mit Wattestäbchen und einem optischen Reinigungsmittel gereinigt werden. Die Aluminiumbeschichtung wird häufig von einer im Vakuum aufgetragenen Beschichtung aus Siliziummonoxid überzogen, wodurch sich eine verbesserte Abriebfestigkeit ergibt.

In Fällen, in denen ein hohes Reflexionsvermögen von größter Bedeutung ist, können spezielle mehrschichtige Beschichtungen von Materialien wie Calcium- oder Magnesiumfluorid aufgebracht werden. Diese Beschichtungen, die durch die optische Interferenz in den Schichten arbeiten, können das Reflexionsvermögen von etwa 88 % auf etwa 99 % erhöhen.

## Antireflexbeschichtungen

Die Beschichtung der Oberfläche einer transparenten optischen Komponente, beispielsweise einer Linse, durch Mehrschichten aus verschiedenen Materialien kann so gestaltet sein, dass eine destruktive Interferenz von reflektierenden Lichtstrahlen in den Schichten auftritt.

Das Ergebnis ist eine Unterdrückung der Reflexion und ein Gewinn bei der Transmission. Antireflexbeschichtungen können das Reflexionsvermögen mit einem entsprechenden Transmissionssgewinn von etwa 4 % auf etwa 0,5 % reduzieren. Dies kann von erheblicher Bedeutung sein, wenn das Licht mehrere Oberflächen durchlaufen muss. Auf diese Weise behandelte optische Komponenten zeigen einen charakteristischen blau-braunen Glanz, der bei binokularen Objektiven und Kameraobjektiven beobachtet wird.

Diese mehrlagigen Beschichtungen sind sehr dünn, typischerweise in der Größenordnung von

0,0001 mm, und beim Reinigen solcher Oberflächen ist Vorsicht geboten.

Mehrschichtbehandlungen sind auf den Bedienflächen von Refraktometerprismen nicht praktikabel.

## RELATIVE SPEZIFISCHE REFRAKTION

In früheren Abschnitten des Textes, die sich mit Definitionen des Brechungsindex befassen, wurde festgestellt, dass zwischen der Dichte einer Flüssigkeit und ihrem Brechungsindex ein bestimmter Zusammenhang besteht.

Diese Beziehung wird innerhalb der flüssigen Probe jedoch von suspendierten unlöslichen Feststoffen, nicht mischbaren Flüssigkeiten, Fetten usw. beeinflusst.

So ändert eine Zuckerlösung im Allgemeinen ihre Dichte, wenn lösliche Feststoffe eingemischt werden, aber der Brechungsindex ändert sich meist nur wenig. Auch bei emulgierten Produkten treten Probleme auf, bei denen Änderungen

der Dichte aufgrund der unterschiedlichen Brechungsindizes der verschiedenen Phasen (Komponenten) nur schwierig oder unmöglich mit dem Messwert des RI zu korrelieren sind.

Sinnvolle Zusammenhänge zwischen Dichte und Brechungsindex können daher nicht bestimmt werden, es sei denn, Feststoffe, emulgierte Fette, Zellstoffe usw. werden zuerst durch Zentrifuge, Filtration usw. entfernt. (Während dieses Verfahren zur Bestimmung von Konzentrationen aus Dichtemessungen mit einem Densitometer erforderlich sein kann, ist es normalerweise unüblich für Konzentrationsmessungen mit einem Refraktometer.)

Sowohl die Dichte ( $\rho$ ) als auch der Brechungsindex ( $n$ ) einer Substanz ändern sich, wenn die Substanz einer Druck- oder Temperaturänderung unterworfen wird.

Eine Reihe von Formeln wurde vorgeschlagen, um die ungefähren Beziehungen zwischen Dichte und Brechungsindex zu definieren.

# Refraktometrie-Fibel

Laut Gladstone und Dale gilt:

$$\frac{(n-1)}{\rho} = \text{konstant}$$

Eine ähnliche Formel wurde von Lorentz und Lorenz vorgeschlagen:

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{1}{\rho} = \text{konstant}$$

Diese Formel stimmt mit den experimentellen Ergebnissen für viele Flüssigkeiten und Gase über einen weiten Druck- und Temperaturbereich überein. Es wurden andere Formeln additiver Art entwickelt, um den Brechungsindex von Gemischen zu berechnen, die keine chemische Wirkung aufeinander haben. Für weitere Informationen wird auf die Literatur zu diesem Thema verwiesen.

## LICHTQUELLEN

### Lichtquellen - Anpassung

Unabhängig von der Art der Lichtquelle, die mit einem optischen Refraktometer verwendet wird, ist es wichtig, dass die Quelle sowohl in Position als auch in der Intensität richtig eingestellt ist, wenn genaue Messungen vorgenommen

werden sollen. In einigen Fällen können bei Verwendung des Reflexionsmodus ein besserer Kontrast an der Grenzlinie und genauere Messwerte durch eine Verringerung der Lichtintensität resultieren. (Unter den richtigen Bedingungen ist das Auge extrem empfindlich, wenn es darum geht, ein Fadenkreuz einzustellen, und Nonienablesungen sind in der Regel mindestens (+/-) fünf Bogensekunden wiederholbar.)

### Lichtquellen - Typen

Lichtquellen können in zwei Hauptgruppen klassifiziert werden. Es gibt jedoch keine scharfen Abgrenzungen zwischen den Klassen.

### Thermische Quellen

Hier wird das Licht infolge hoher Temperatur emittiert und hat einen breiten Wellenlängenbereich. Beispiele sind:

*Sonne* (Oberflächentemperatur) 5000 bis 6000 °C. (Visuelle Refraktometer enthalten ein Teleskop und dürfen nicht direkt auf die Sonne gerichtet sein).

*Wolframfadenlampe*  
2100 °C

*Lichtbögen bei atmosphärischem Druck:*  
3000 bis 4000 °C

*Flammen*  
1920 bis 2400 °C

## Nichtthermische Quellen

Zwei Arten von Quellen sind für die Verwendung mit Refraktometern von besonderem Interesse und werden hier als Bogenentladungslampen und Glimmentladungslampen bezeichnet. Beide Lampentypen arbeiten durch Entladung eines elektrischen Stroms durch ein Gas oder metallischen Dampf, der in einer versiegelten Hülle aus Glas oder Siliziumdioxid enthalten ist. Die Entladung erfolgt durch ein Plasma, in dem sich neutrale Atome in verschiedenen Anregungsstufen befinden und dies ist der Bereich maximaler Lichtemission.

Das Licht von diesen Quellen kann in Form von Linienspektren (Spektralquellen), Linien, die sich zu Bändern erweitern,

oder kontinuierlichen Spektren abgegeben werden, entsprechend dem Metall oder Dampf in der Hülle und den Temperatur- und Druckbedingungen. (Bei der Verwendung dieser Lampen ist Vorsicht geboten, da bestimmte Typen im ultravioletten Bereich starke Strahlung abgeben und dies eine Gefahr für Haut und Augen darstellen kann).

## Bogenentladungslampen

Metall oder andere Zusätze in diesen Lampen müssen zuerst verdampft werden, und dieser Vorgang kann je nach Rohrkonstruktion zwischen zehn Sekunden und zehn Minuten dauern. Solche Lampen erfordern ein externes Steuersystem mit einem Strombegrenzungsvorschaltgerät.

Bei einigen Lampen, einschließlich Natriumlampen, enthält die Hülle auch ein Gas wie Neon, das die Entladung unterstützt, bis das Metall ausreichend verdampft ist. Es ist das Vorhandensein von Neon, das für den typischen roten Schein verantwortlich ist, der

bei Natriumlampen beobachtet wird, bevor das gelbe Licht erscheint.

Entladungslampen sind normalerweise mit einem Vakuummantel versehen, der die abgedichtete innere Hülle umgibt, um Wärmeverluste zu minimieren.

Der Druck in diesen Lampen kann zwischen etwa 0,03 mm Hg und einem vielfachen Atmosphärendruck liegen. Der Spannungsabfall beträgt üblicherweise weniger als 100 V. Diese Lampen haben einen hohen Wirkungsgrad hinsichtlich der Lichtleistung, die typischerweise im Bereich von 100 bis 200 Lumen / Watt liegen kann.

Bogenentladungslampen emittieren schmale Spektrallinien konstanter Intensität, die verwendet werden können, um eine bequeme monochromatische Quelle für Refraktometer bereitzustellen.

## Glimmentladungslampen (Vakuurröhren)

Diese Lampen arbeiten mit einer Kaltkathode und mit einem hohen Vakuum, typischerweise in der Größenordnung von 0,03 bis 20 mm Hg. Das an die Elektrode angelegte Potential muss daher hoch genug sein, um die in den Röhren eingeschlossenen Materialien (Neon, Helium, Argon, Quecksilber usw.) zu ionisieren.

Im Gegensatz zu den zuvor genannten Bogenentladungslampen arbeitet die Glimmentladungslampe, sobald die Hochspannung angelegt wird. Dieser Röhrentyp ist in kleinen Versionen für den Laborgebrauch erhältlich. Zur Kontrolle der Glimmentladung sind spezielle Steuergeräte erhältlich.

## PROBLEME MIT KONDENSATION IN DEN INSTRUMENTEN

Im Gegensatz zu den meisten optischen Instrumenten werden Refraktometer in engem Kontakt mit Flüssigkeiten und häufig in sehr feuchter Umgebung eingesetzt. Häufig werden Geräte bei Temperaturen

unter Umgebungstemperatur betrieben, die Kondensation von Luftfeuchtigkeit begünstigt.

Die Verhinderung des Eindringens von Feuchtigkeit in Instrumente stellt daher für den Instrumentendesigner ein besonderes Problem dar.

Das Vorhandensein von Feuchtigkeit in einem visuellen optischen Instrument manifestiert sich normalerweise als ein Vernebeln des Sichtfelds, das im Okular aufgrund von Kondensation an inneren optischen Komponenten erkennbar ist. Manchmal klärt sich die Kondensation mit einem mäßigen Anstieg der Gerätetemperatur.

Die Belüftung des Instruments würde dazu beitragen, die Kondensation zu reduzieren, würde aber auch den Weg öffnen für das Eindringen von Staubpartikeln, Keimen und kleinen Insekten, insbesondere in tropischen Ländern.

Daher ist es normalerweise das Ziel des Konstrukteurs, das Instrument an möglichen Eintrittsstellen für Feuchtigkeit so weit wie möglich abzudichten und alle Steuerachsen,

Einstellschrauben, Kabel usw. durch O-Ringe, Verschraubungen und Dichtungen verschiedener Typen zu führen. Okularfokussiergewinde können mit viskosem Fett geschmiert werden, und manchmal kann eine versiegelte Glasscheibe zwischen der einstellbaren Augenlinse und der Feldlinse angeordnet sein. Solche Vorsichtsmaßnahmen verringern das Kontaminationsrisiko unter normalen Bedingungen, aber viele Instrumente können auf diese Weise nicht ausreichend abgedichtet werden.

Neben den verschiedenen oben genannten Dichtungen sind viele Instrumente auch mit *Exsikkatoren* ausgestattet. Diese haben die Form von perforierten Kapseln, die Kieselgel enthalten. Dieses Material ist ein Trocknungsmittel, das Luftfeuchtigkeit absorbiert und durch Erhitzen reaktiviert werden kann.

Die beste Möglichkeit, Kondensationsprobleme zu vermeiden, besteht wahrscheinlich darin, dass der Benutzer das Instrument sorgfältig pflegt und nachteilige Bedingungen vermeidet.

Es ist eine bedauerliche Tatsache, dass viele Instrumente, die kommerziell in Fabriken verwendet werden, grob vernachlässigt werden. Auf ihnen sammeln sich wegen mangelnder Reinigung Probenreste an, und sie bleiben häufig mit Flüssigkeitsresten stehen. Unter diesen Bedingungen werden Instrumente so mit Probenablagerungen überzogen, dass sie kaum noch erkennbar sind.

## ELEKTRONISCHE REFRAKTOMETER

### Photometrische Instrumente

Es werden zwei Photozellen ähnlicher Größe verwendet. Die physikalischen Abmessungen werden entsprechend des abzudeckenden Bereiches des Brechungsindex ausgewählt. Die Länge der Zellen beträgt ungefähr das 1,3-fache des zu erfassenden Bereichs in der Brennebene. Die erste Zelle (Sensorzelle) ist so angeordnet, dass sie den Bereich mit

einer kleinen Überlappung an jedem Ende abdeckt. Die zweite Zelle (Referenzzelle) befindet sich im hellen Bereich des Feldes über der äußersten Grenze des Messbereichs.

Diese Art von Instrument hat eine Reihe von Nachteilen. Die Kalibrierung ändert sich im Laufe der Zeit, normalerweise aufgrund der allmählichen Verschlechterung der Prismenoberfläche, die durch Kratzer und Verfärbungen verursacht wird.

Die Eigenschaften können von einer Probe zur anderen variieren, obwohl die Proben grundsätzlich ähnlich sind. So können zwei Produkte ähnlicher Konzentration und Beschaffenheit, die sich nur in Farbe, Absorption oder Lichtstreuung unterscheiden, unterschiedliche Kontrastwerte aufweisen. Solche Störungen erfordern eine erneute Kalibrierung.

Diese Art von Instrument kann daher nur für ein Produkt verwendet werden, erfordert jedoch immer noch eine Überprüfung der Kalibrierung.

Die Erfahrung hat gezeigt, dass das Instrument am besten auf seine ursprüngliche Verwendung beschränkt bleibt, nämlich die Zuckerraffinerieindustrie.

### Abtastinstrumente (enger Bereich - fester Detektor)

Diese Art von Instrument ist ein erheblicher Fortschritt gegenüber dem oben beschriebenen einfachen photometrischen Instrument. Der Messbereich muss zuvor definiert worden sein und kann nicht ohne weiteres geändert werden. Der definierte Bereich wird von einer undurchsichtigen, drehbaren Scheibe in der Fokusebene wie folgt abgetastet: Eine transparente Spur in Form einer einzigen kurvenförmigen archimedischen Spirale wird in der Scheibe gebildet. Die Führung der Spirale ist so angeordnet, dass sie den räumlichen Abstand des definierten Bereichs in der Brennebene abtasten kann. Auf die Platte folgt ein Fotodetektor von ausreichender Größe, um den eingestellten Bereich abzudecken (oder es

kann ein ähnlicher Detektor verwendet werden, der in der Brennebene einer Hilfslinse unmittelbar nach der Platte angeordnet ist). Die Scheibe wird mit einer geeigneten Geschwindigkeit angetrieben und ist mit einem Winkelgeber gekoppelt. Das Feld wird somit von einem schmalen Schlitz abgetastet, durch den das Licht den Detektor erreicht.

Die Ausgabe des Detektors bleibt bis zum Erreichen der Grenzlinie ziemlich konstant, wechselt dann zu einem neuen Pegel und bleibt dann wieder ziemlich konstant. Dieser Vorgang wird für jede Umdrehung der Scheibe wiederholt. Das Detektorausgangssignal kann elektronisch verstärkt werden und dann auf den Wandlerausgang bezogen werden, um die Winkelverschiebung ab dem Start der Abtastung und somit die Position der Grenzlinie relativ zur gesamten abgedeckten Spanne zu identifizieren. (Span ist der Winkel oder lineare Abstand zwischen Anfang und Ende des Messbereichs).

Es gibt Variationen, bei dem die sich drehende Scheibe durch andere Scanvorrichtun-



# Refraktometrie-Fibel

gen ersetzt wird. Die allgemeinen Prinzipien sind jedoch die gleichen.

Diese Art von Instrument hat bestimmte Nachteile. Obwohl es unabhängig von Kontrastwerten und Musterfarben ist, ist die Unmöglichkeit, den Bereich zu ändern, sehr wichtig. Jedes Instrument ist auf die besonderen Bedürfnisse zugeschnitten.

Verschleiß an den beweglichen Teilen muss berücksichtigt werden, und in einer kritischen Umgebung, beispielsweise bei einer "on-line"-Anwendung, können solche beweglichen Teile Probleme bereiten. Die Genauigkeit hängt sehr stark von der Spanne ab. Je breiter die Spanne ist, desto geringer ist das Auflösungsvermögen.

## Abtastinstrumente (Weitbereich - Bewegungsmelder)

Dieses Prinzip wird in frühen Bellingham + Stanley-Instrumenten (Serie RFM80 / 90), siehe Abb. A17, verwendet. Das Sichtfeld wird in seiner Gesamtheit von zwei kleinen



Abb. A17 RFM 80-01

Fotodetektoren abgetastet, die sehr nahe beieinander liegen und in einer Brückenschaltung miteinander verbunden sind (siehe Spaltrefraktometer Seite 31 und Abbildung 8). Da die Zellen sehr klein sind, ist auch der von ihnen abgedeckte Bereich klein und somit ist die Auflösung hoch. Der Schlitten, der die Detektoren trägt, ist direkt mit einem Wegaufnehmer gekoppelt.

Das Abtasten des Sichtfeldes mit dem Detektorpaar erweitert somit den effektiven "Bereich" des Detektors, behält jedoch die hohe Auflösung bei.

Wenn sich beide Zellen entweder im hellen oder im dunklen Bereich des Feldes befinden, ist die Brückenausgabe nahe null. Wenn sich eine Zelle im Licht und die andere im Dunkeln befindet, also an der Grenzlinie, gibt es ein hohes Differenzsignal.

Die Differenzspannung erreicht einen maximalen Wert, wenn die Grenzlinie durchlaufen wird. Beim zweiten Durchlauf in entgegengesetzter Richtung wird derselbe Vorgang ausgeführt, was zu einem zweiten gespeicherten Wandlerausgang führt. Der Mittelwert der zwei Werte wird ermittelt und entsprechend der Kalibrierung ausgewertet.

Diese Art von Instrument hat nur sehr wenige Nachteile, abgesehen von beweglichen Komponenten und der Zeit, die zum Durchführen der beiden Scans erforderlich ist, normalerweise 3 Sekunden. Den ersten Nachteil kann man durch sorgfältige Gestaltung der mechanischen und elektronischen Komponenten in den Griff bekommen, der zweite ist im Vergleich zu der für die Vorbereitung, das Aufbringen und

das Reinigen der Probe erforderlichen Zeit nicht gravierend.

Das Messergebnis wird in digitaler Form angezeigt und lässt sich an einen Drucker oder Computer weiterleiten.

## Refraktometer basierend auf Photodioden-Arrays

Auf diesen Instrumententyp, der ebenfalls von Bellingham + Stanley hergestellt wird (siehe Abb. A18), wurde bereits früher im Text Bezug genommen. Hier werden das sich bewegende Schlitten- und Zellenpaar des Abtastinstrumentes durch ein in der Fokusebene positioniertes, selbst abgetastetes Array (SSA) ersetzt, auf dem die Grenzlinie gebildet wird. Das Refraktometer ist so ausgelegt, dass die Länge des SSA dem erforderlichen Instrumentenbereich entspricht. Beim Einschalten ohne Probe, aber bei eingeschalteter Beleuchtung, wird die Ausgabe jedes Elements gespeichert. Nach dem Anlegen der Probe wird das Array erneut gelesen und mit den gespeicherten Werten verglichen.

Das Ergebnis ist eine räumliche Darstellung der Intensitätsverteilung, in der die Grenzlinie leicht erkannt und innerhalb einiger Elemente des Arrays lokalisiert werden kann. Diese wenigen Elemente werden dann genauer gescannt und die genaue Position der Grenzlinie bestimmt.

Diese Positionsreferenz wird dann mit der Kalibrierung verglichen und angezeigt. Diese letzten Schritte laufen natürlich intern ab, unbemerkt vom Anwender. Die Zeit jedes Scans dauert lediglich Millisekunden, so dass das Ergebnis im Allgemeinen in weniger als einer Sekunde vorliegt.

Refraktometer mit Diodenarrays haben mehrere wichtige Vorteile. Das Arraysystem besitzt die inhärente Fähigkeit, die Qualität der Grenzlinie zu bewerten, die dann dem Nutzer angezeigt werden kann, der ihn auffordert, das Probenmaterial gegebenenfalls erneut aufzubringen, um einen sichereren Wert zu erhalten.



Abb. A18 RFM300-T

Der vollständige Verzicht aller beweglichen Teile ist auch ein wesentlicher Schritt zur Verbesserung der Genauigkeit und Zuverlässigkeit.

## RI-MESSUNG FLÜCHTIGER PROBEN

Bei einem visuellen Instrument wie einem Abbe-Refraktometer, das einen Klappprismakasten verwendet, können Probleme bei der Messung flüchtiger Lösungen auftreten. Die herkömmliche Prismenbox fängt die Probe in einer Schicht von ungefähr 0,04 mm Dicke ein. Flüchtige Flüssigkeiten verdunsten an den Seiten

und am Lichteintrittspunkt der Schicht und werden durch Kapillarwirkung aus der Prismenkammer entfernt. Dieser Prozess wird bei erhöhten Temperaturen beschleunigt, so dass die Probe verschwunden sein kann, bevor das thermische Gleichgewicht erreicht ist. Noch schwerwiegender ist es, wenn die Probe in einem leichtflüchtigen Träger eine geringe Flüchtigkeit aufweist. Es gibt unterschiedliche Verdampfungsraten, die zu ziemlich schnellen Konzentrationsänderungen führen.

Das Problem kann weitgehend durch Verwendung eines speziellen Zubehörs für flüchtige Proben überwunden werden. Dies ist ein Glasblock mit einer Vertiefung auf einer Oberfläche. Die Vertiefung ist durch zwei feine Füllkanäle mit der gegenüberliegenden Seite verbunden. Die Zelle wird auf die Prismenoberfläche gedrückt. Es wird keine Kontaktflüssigkeit verwendet. Probenflüssigkeit wird in eine Injektionsspritze gezogen, die dann in eines der Einfülllöcher eingeführt und in die Zelle gefüllt wird, bis Flüssigkeit aus dem Entlüftungsloch austritt.

Die Kapazität der Zelle beträgt ungefähr 1,5 ml, wenn die obere Oberfläche des Blocks mit einer Glasplatte abgedeckt wird, wodurch die Kammer vollständig abgedichtet wird. Die Prismenbox bleibt offen und die Lichtquelle befindet sich auf Höhe der Prismenoberfläche.

Für digitale Refraktometer, die im Reflexionsmodus arbeiten, kann eine ähnliche Zelle, die einfach aus Glas besteht, um das Prisma herum angebracht werden. Die Probe kann dann in die Zelle gegeben werden und eine Glaskappe auf die Oberseite platziert werden. Der Instrumentenpresser sollte in aufrechter Position gelassen werden, wobei die Annäherungssensoren so eingestellt werden, dass eine Messung erfolgen kann.

Alternativ kann die Verwendung einer Durchflusszelle und einer Pumpe in einem abgedichteten Kreislauf verwendet werden, so dass ein Verdampfen der flüchtigen Probe verhindert wird.

## RI MESSUNG VON EMULSIONEN

Emulsionen sind keine homogenen Lösungen, sondern bestehen üblicherweise aus zwei miteinander nicht mischbaren Flüssigkeiten, wobei eine der beiden in Form winziger Tröpfchen in der anderen Flüssigkeit suspendiert ist. Häufig besteht zwischen den beiden Flüssigkeiten ein erheblicher Unterschied im Brechungsindex. Änderungen der Mischbarkeit beider Flüssigkeiten führen deshalb zu einer Änderung des Brechungsindex. Die relative Größe der suspendierten Teilchen zur Wellenlänge des verwendeten Lichts spielt eine wichtige Rolle bei der Bildung und Definition der Grenzlinie.

Ein Problem bei Emulsionen, die den Durchlichtsmodus verwenden, ist die hohe Absorption, die das Licht ggf. zu stark reduziert, bevor es in ausreichender Länge in dem Flüssigkeitsfilm entlang der Folie eindringen kann, um eine auswertbare Grenzlinie zu erzeugen. Diese Situation kann manchmal verbessert werden,



Abb. A19 Joghurt auf RFM300-T

indem das Licht so angeordnet wird, dass es senkrecht auf den Probenfilm fällt, wie in Abb. 7, Richtung C angegeben. Die Grenzlinie wird dann durch entlang des Films gestreutes Licht aus suspendierten Partikeln innerhalb der Emulsion gebildet.

Die meisten Emulsionen zeigen eine allmähliche Änderung der Qualität der Messergebnisse, die sich von "gut" bei geringer Konzentration bis zu einem Punkt der vollständigen Nichtlesbarkeit bei hohen Konzentrationen verschlechtert. Manchmal, wenn auch nicht immer, wird die Messwertqualität bei sehr hohen

Konzentrationen nahe 100 % wieder besser. Typische Proben sind lösliche Öle, wie sie in der Maschinenbauindustrie als Kühlmittel und Hydraulikfluide verwendet werden. Diese Emulsionen sind in Konzentrationen von 0 % (Wasser) bis zu etwa 12 bis 15 % Öl /Wasser lesbar, und dies deckt glücklicherweise den größten Teil des interessierenden Bereichs ab. Oberhalb von 15 % verschlechtert sich die Grenzlinie schnell, und bei etwa 20 % gibt es keine vernünftig messbare Grenzlinie mehr.

## RI-MESSUNG VON HYDRIERUNGEN

Die Hydrierung kann kurz als chemische Reaktion definiert werden, die die Zugabe von Wasserstoff, der als Gas vorliegt, zu einer Substanz in Gegenwart eines Katalysators beinhaltet. Beispiele sind die Bildung flüssiger Produkte aus Kohle und die Hydrierung von Fetten und Ölen bei der Herstellung von Margarine usw.

Obwohl es keine Emulgierung gibt, ist der Effekt, dem bei Emulsionen auftretenden, sehr ähnlich. Zu Beginn des Prozesses ändern sich die Messwerte mit dem Ausmaß der Hydrierung. Die Grenzlinie verschwindet jedoch mit dem Fortschreiten des Prozesses und wird erst wieder sichtbar, wenn der Prozess abgeschlossen ist. Das Refraktometer kann daher den Verlauf nicht überwachen und ist nicht geeignet, den Prozess zu einem bestimmten Zeitpunkt zu stoppen.

## RI-MESSUNG VON FESTSTOFFEN (AUSGENOMMEN EDELSTEINE)

Das bevorzugte Verfahren zum Testen eines Schüttguts hängt sehr stark von der Art des Feststoffs ab, der in Schüttgutform, als kleine Bruchstücke oder möglicherweise als ein aufgesetzter Edelstein vorliegen kann.

## Feststoffe als einzelne Körper

Festkörper wie Gläser, die optisch bearbeitet werden können, um Oberflächen mit ausreichender Fläche bereitzustellen, können auf dieselbe Weise wie die zuvor genannten Testplatten behandelt werden, und die gleichen Anmerkungen gelten für den RI der Probe, für Kontaktflüssigkeit und für das Refraktometerprisma.

## Feststoffe in kleinteiliger Form

Feststoffe wie Glas- oder Kunststofffragmente oder transparente Fasern erfordern spezielle Techniken zur Messung des RI. Wenn diese Gegenstände in eine Flüssigkeit gleicher Farbe und gleichen Brechungsindex eingetaucht werden, tritt keine Brechung des Lichts auf, wenn das Licht von der Flüssigkeit in den Feststoff gelangt. Unter diesen Umständen verschwinden die Bruchstücke usw. eher wie Eisklumpen im Wasser verschwinden. Hier wird das Refraktometer verwendet, um den Brechungsindex der

Flüssigkeit und damit den der Probe zu messen. Zur Beobachtung der Fragmente wird häufig ein Mikroskop mit geringer Leistung verwendet. Die Einstellung der Temperatur ist wichtig, da sich der RI der Flüssigkeit schneller mit der Temperatur ändert als der RI des Feststoffs.

Eine Reihe von Immersionsflüssigkeiten ist mit Indizes von 1,46 (Tetrachlorkohlenstoff) bis 1,74 (Methyleniodid) erhältlich. Es gibt einige Flüssigkeiten mit höherem Index, aber diese sind unangenehm in der Handhabung. Einige Flüssigkeiten mit hohem Brechungsindex können gemessen werden, indem sie in einem hohlen Glasprisma angeordnet werden und die Ablenkung des Lichts mit einem Tischspektrometer gemessen wird.

Die Immersionsmethode zur Messung des RI von Festkörpern ist insbesondere bei forensischen Untersuchungen zur Ermittlung der Quelle von Glas- oder Kunststoffteilchen am Tatort von Nutzen.

## RI-MESSUNG VON EDELSTEINEN

Die Messung von Edelsteinen ist ein umfangreiches Gebiet für sich und kann hier nur kurz erwähnt werden. Die Messung des RI spielt eine wichtige Rolle bei der Identifizierung von Edelsteinen und Imitationen. Die angewandten Messverfahren hängen von dem jeweiligen zu prüfenden Stein ab und davon, ob der Stein montiert oder demontiert wird.

Allgemein werden Winkelrefraktometer verwendet, die nach den im Text behandelten allgemeinen Prinzipien arbeiten. Die Prismen dieser Instrumente werden normalerweise aus hochbrechendem Glas hergestellt, es können jedoch auch andere Materialien wie Spinell verwendet werden. Die Obergrenze des Messbereiches dieser Instrumente wird normalerweise durch den Index der Kontaktflüssigkeit festgelegt, der eine praktische Grenze von etwa 1,81 festlegt. Ein Hersteller bietet jedoch ein Instrument an, das ein Strontiumtitanat ( $n_D 2.418$ )-Prisma verwendet, und die Kontaktflüssigkeit ist eine Schmelze,

die durch die elektrische Erwärmung des Prismas ermöglicht wird. Dieses Instrument misst den RI bis zu 2,21.

## Eintauchtechniken

Diese Technik, auf die zuvor Bezug genommen wurde, ist bei der Identifizierung kleiner unmontierter Steine von Wert. Bei Verwendung von Methyleniodid als Immersionsflüssigkeit können Diamanten von weißen Saphiren unterschieden werden, die möglicherweise als Ersatz in eine Brosche eingesetzt wurden. Permanente Aufzeichnungen über die Facettenform und -größe von nicht montierten Steinen können durch Fotografieren der untergetauchten Steine gemacht werden.

## RI-Bestimmung durch Messung der scheinbaren Tiefe

Abb. A20 zeigt einen Ausschnitt eines Brechungsmediums der Dicke  $T$ . In Richtung AP gesehen scheint ein Punkt P auf der Unterseite des Mediums bei Q in einer Tiefe D unter der oberen Oberfläche

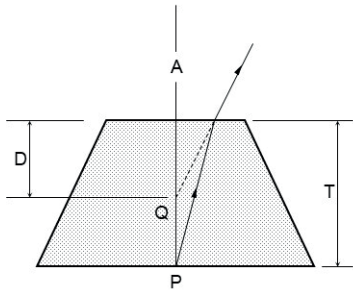


Abb. A20  
Messung der scheinbaren Tiefe

zu liegen. Die Abstände T und D werden üblicherweise mit einem Nonius-Mikroskop gemessen. Der Brechungsindex wird dann durch  $T / D$  angegeben.

Auf Edelsteine angewendet, ist dieses Verfahren auf nur etwa 0,02 RI genau und wird normalerweise auf nicht montierte Steine beschränkt.

## Dispersion

Die Messung der Dispersion, die mit Zunahme des Brechungsindex in den meisten Fällen nahezu gleichmäßig ansteigt, kann als diagnostisches Merkmal verwendet werden. Dispersionsmessungen werden gewöhnlich mit einem Tischspektrometer durchgeführt, mit dem auch die Fa-

catenwinkel eines Edelsteins gemessen werden können, der auf dem drehbaren Tisch des Instruments angebracht ist. Die Lichtquelle kann eine Quecksilberdampfampe oder ein freiliegender Kohlenstofflichtbogen sein, dem verschiedene Salze zugegeben werden, um die erforderlichen Wellenlängen bereitzustellen.

In der Praxis werden Dispersionsmessungen durch die Schwierigkeit erschwert, den Stein korrekt auf dem Tisch zu montieren und die Facettenwinkel zu messen, und andere, schnellere Methoden werden häufig zu Identifikationszwecken bevorzugt. Die Dispersion im Wellenlängenbereich 686,7 nm bis 430,8 nm variiert zwischen 0,3 für synthetischen Rutil und 0,007 für Flussspat.

## RI-Messung durch Reflexionsvermögen

Es gibt eine Beziehung zwischen dem Reflexionsvermögen eines transparenten Materials und seinem Brechungsindex. Wenn das Licht normal einfällt, ist das Reflexionsvermögen durch  $(n-1)^2 / (n+1)^2$  gegeben.

Dieses Verfahren zur Bestimmung des Brechungsindex ist in der Praxis einem erheblichen Fehler unterworfen und dient hauptsächlich der Unterscheidung zwischen Steinen mit großen Unterschieden im Index. Demnach reflektiert Diamant theoretisch 17,2 %, während Quarz nur 4 % widerspiegelt. Geräte, die eine Infrarot-LED-Quelle und einen kalibrierten Messgeräusgang verwenden, sind im Handel erhältlich.

## Doppelbrechung

Doppelbrechung ist eine Eigenschaft vieler Edelsteine, z.B. Quarz, Beryll, Topas. Das Vorhandensein von Doppelbrechung kann durch Drehen des Steins auf dem Refraktometerprisma gesehen werden. Bei einfach brechenden Steinen ist nur eine unbewegliche Grenzlinie zu sehen. Bei einachsigen Steinen sind im Allgemeinen zwei Grenzlinien zu sehen, die sich bei Drehung des Steins relativ zueinander bewegen. Bei zweiachsigen Steinen sind im Allgemeinen zwei Grenzlinien zu sehen, die beide ihre Position ändern, wenn der Stein gedreht wird.

Die Messung der Doppelbrechung ist somit ein wertvolles Mittel zur Identifizierung vieler Edelsteine.

## Tests, die nicht auf RI-Messungen basieren

Aus den obigen Ausführungen wird deutlich, dass die Messung des RI für die Klassifizierung von Edelsteinen von besonderer Bedeutung ist. Es gibt jedoch auch andere hierfür gebräuchliche Analyseverfahren, die erwähnt werden können. Dazu gehören folgende:

- Messung der Position der Absorptionsbanden in den Spektren der Steine mittels Spektrometer.
- Beobachtung des Verhaltens von Steinen bei Anregung zur Lumineszenz durch ultraviolettes Licht oder Röntgenstrahlen.
- Messung des spezifischen Gewichts

Wiederum können bestimmte Tests für bestimmte Steine spezifisch sein. Diamanten können beispielsweise durch

thermische Sonden identifiziert werden, da Diamant eine außergewöhnlich hohe Wärmeleitfähigkeit aufweist.

## RI-MESSUNG VON DÜNNEN FILMEN

Wenn die notwendigen Techniken verwendet werden, ist es möglich, den RI von Filmen mit einer Dicke von nur wenigen Mikrometern zu messen. Die folgenden Anmerkungen beziehen sich speziell auf Geräte des Abbe-Typs, die im Durchlichtsmodus arbeiten. Hier wird das Licht in das Ende des Probefilms eingeführt, der so quadratisch wie möglich zur Oberfläche des Films geschnitten werden muss.

Der Film wird zuerst auf ein Glasplattensubstrat gelegt und ein Abschnitt, der ausreichend groß ist, um das Prisma (typischerweise 25 mm × 12 mm) zu bedecken, wird unter Verwendung eines Skalpell geschnitten. Beachten Sie, dass die Ausrichtung des Probenabschnitts innerhalb des Bogens, aus dem er geschnitten wird, wichtig sein kann, da viele

dieser Filme doppelbrechend sind. (Das heißt, der Film hat zwei Brechungsindizes, abhängig von dessen Orientierung).

Die Probe wird vom Substrat abgehoben und auf die Prismenoberfläche gelegt. Es ist unbedingt erforderlich, Luft von der Schnittstelle auszuschließen. Wenn dies nicht möglich ist, kann es aufgrund der Beschaffenheit des Films erforderlich sein, an der Grenzfläche eine geringe Menge Kontaktflüssigkeit zu verwenden. Es ist jedoch darauf zu achten, dass die Flüssigkeit am vorderen Ende der Probe nicht austritt.

Es wird eine Natriumquelle empfohlen, die sich in Höhe der Prismenoberfläche befindet. Die Prismenbox bleibt geschlossen.

Unter bestimmten Umständen kann die Beleuchtung verbessert werden, indem ein Beleuchtungsprisma mit Kontaktflüssigkeit zwischen dem Prisma und dem Film auf die Folie platziert wird. Eine solche Quelle wird dann auf die übliche Position für die Beleuchtung des oberen Prismas eingestellt.

Unmittelbar im Anschluss an die Grenzlinie bilden sich bei dieser Messtechnik Interferenzstreifen, wobei doppelbrechende Filme aufgrund einer zweiten Grenzlinie noch schwerer auszuwerten sind. Diese können jedoch durch Verwendung eines Polarisators im Okularbereich verhindert werden. Es wird dringend empfohlen, die Probe nicht mit einem Skalpell abzuziehen, da dies das Prisma beschädigen kann. Nach der Messung kann der Film durch Fluten mit Alkohol, mit Hilfe eines scharfen Holzstifts, abgeschwemmt werden.

Ein alternatives Verfahren zum Messen des Brechungsindex sehr dünner Filme ist eher die Verwendung einer Interferenztechnik als die Messung

des kritischen Winkels. Siehe RI-Messung dünner Schichten (Interferenzmethode).

## RI-MESSUNG VON HARZEN

Das Messen von Harzen in der flüssigen Phase ist im Allgemeinen wenig problematisch, abgesehen von der offensichtlichen Notwendigkeit, die Probe vor dem Aushärten zu entfernen, insbesondere wenn ein geschlossener Prismenkasten beteiligt ist.

Im Fall der Festphase werden im Folgenden zwei Methoden vorgeschlagen, die sowohl den Durchlichtmodus als auch für Instrumente des Abbe-Typs verwendet werden können.

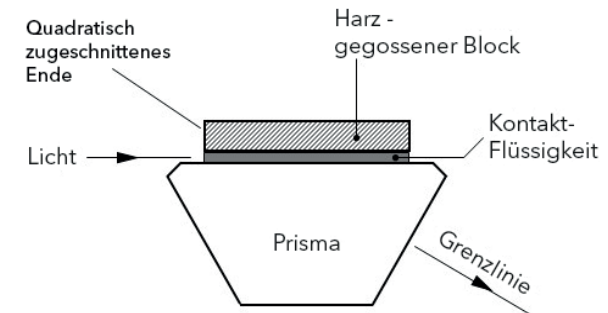


Abb. A21 Messung fester Harzproben

# Refraktometrie-Fibel

Abbildung A21 bezieht sich hier auf die Herstellung des Probenharzes, indem er zuerst auf eine Glasplatte gegossen wird, die zuvor mit einem Trennmittel bestrichen wurde. Nach dem Aushärten wird ein Abschnitt mit ausreichender Fläche zum Abdecken des Prismas (typischerweise 25 mm × 12 mm) von der Platte abgeschnitten. Das dem Licht zugewandte Ende der Probe wird möglichst senkrecht zur ebenen Oberfläche geschnitten. Die Probe wird dann mit einem Kontaktfluid auf die Prismenoberfläche aufgebracht. Ein guter Gesamtkontakt mit dem Prisma ist unerlässlich. Dies kann normalerweise durch Überprüfen der Austrittspupille mit einer Hilfslinse überprüft werden. Siehe Anhang - Eingangs und Ausgangspupillen. Die Prismenbox ist nicht geschlossen und die Lichtquelle muss auf Höhe der Prismenoberfläche liegen.

Ein häufiges Problem besteht darin, einen ausreichend guten Kontakt mit dem Prisma zu erhalten, und es kann erforderlich sein, die Oberfläche der Probe zu schleifen und zu po-

lieren, damit sie ausreichend plan ist. In diesem Fall sollte das Harz in einer umschließenden Box gegossen werden, um eine angemessene Dicke zu erhalten.

Abbildung A22 zeigt einen alternativen Ansatz unter Verwendung eines speziellen Substrats, das von den Geräteherstellern geliefert wird. Hierbei handelt es sich um eine Glasplatte mit einer Größe von ca. 25 x 12 x 3 mm, die besonders planparallel ist. Der Brechungsindex muss größer sein als der der Probe, vorzugsweise nahe dem des Prismas. Das dem Licht zugewandte Ende des Substrats ist schwarz lackiert, um eine Ausbreitung des Lichts in die angrenzenden polierten Oberflächen zu vermeiden.

Das Harz wird auf die Oberfläche der Glasplatte mit einer Dicke von etwa 2 mm gegossen, um ein Überlaufen über die Kanten zu vermeiden. Nach dem Aushärten wird die gegenüberliegende Oberfläche des Substrats auf der Prismenoberfläche mit dem geschwärzten Ende in Richtung der Quelle platziert,

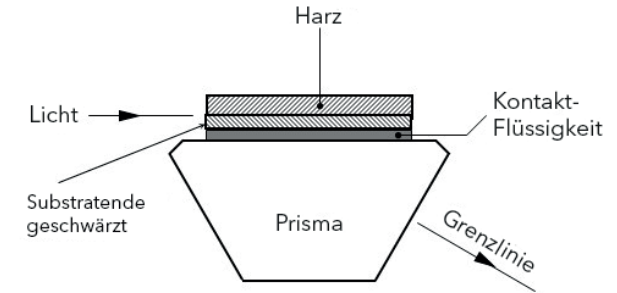


Abb. A22 Alternative: Glasplatte als Substrat

wobei eine kleine Menge Kontaktflüssigkeit verwendet wird. Die Lichtquelle befindet sich in Höhe der Harzsubstratgrenzfläche. Es ist keine Korrektur der Anzeige erforderlich. Wenn der Substratindex nicht außerhalb des Bereichs des Instruments liegt, wird empfohlen, seinen Index vor der Verwendung zu notieren, damit die Ablesung des Substrats ignoriert werden kann.

Nach dem Gebrauch sollte das Harz vom Substrat gelöst werden, das zur weiteren Verwendung erneut geschwärzt werden sollte.

Falls die ausgehärteten Harze inhomogen sind, sind die Messergebnisse eher schlecht reproduzierbar.

Es ist möglich, dass das Harz durch die verwendete Kontaktflüssigkeit angelöst wird. Dies ist offensichtlich, wenn sich der Index nach anfänglichem Kontakt und Ablesen ändert, während sich Harz in der Flüssigkeit löst. In diesem Fall ist es am besten, die Kontaktflüssigkeit mit einer anderen zu wechseln, die nicht mit dem Harz reagiert. Verschiedene pflanzliche Öle können sich als akzeptabel erweisen, die einzige Voraussetzung ist, dass der Brechungsindex der Kontaktflüssigkeit größer als der der Probe sein muss.

# Refraktometrie-Fibel

## RI-MESSUNGEN DURCH DEN INTERFEROMETER

Die folgenden Anmerkungen beziehen sich auf die RI-Messung von Gasen, Flüssigkeiten und dünnen Filmen durch Interferentechniken, die sich von den bisher diskutierten Messungen des kritischen Winkels unterscheiden.

Zunächst muss auf ein wichtiges optisches Konzept Bezug genommen werden, das als *optische Weglänge* bekannt ist. Man denke an die Wellenfront eines Lichtstrahls, der durch ein bestimmtes Medium geht, beispielsweise eine Glasplatte.

$$n \cdot d = c \cdot t = P$$

mit:

$d$  = Dicke der Platte

$n$  = Brechungsindex der Platte

$c$  = Lichtgeschwindigkeit im Vakuum

$t$  = Zeit für die Wellenfront, um die Platte zu passieren

$P$  ist als optische Weglänge bekannt. Dies impliziert, dass der Abstand  $n \cdot d$ , den das Licht in der Zeit  $t$  durchquert, derselbe ist wie der Abstand,

den das Licht im Vakuum zur gleichen Zeit zurücklegen würde.

## Interferometer

Instrumente, die bei dieser Art von Messung verwendet werden, sind als Interferometer oder Interferenzrefraktometer bekannt. Es kann hier nur ein kurzer Überblick über die Funktionsweise dieser Instrumente gegeben werden, detaillierte Informationen sind jedoch in der Literatur leicht verfügbar.

Grundsätzlich nehmen Interferometer Licht von einer einzigen ausgedehnten, häufig monochromatischen Quelle auf und spalten das Licht mittels einer Strahlteilervorrichtung, üblicherweise in Form teilreflektierender Glasplatten, in zwei separate Strahlen auf.

Die beiden Lichtstrahlen werden schließlich so überlagert, dass die Lichtwellen des einen Strahls mit den Wellen des anderen interferieren, um Interferenzstreifen zu erzeugen, die in einem Teleskopsystem beobachtet werden können.

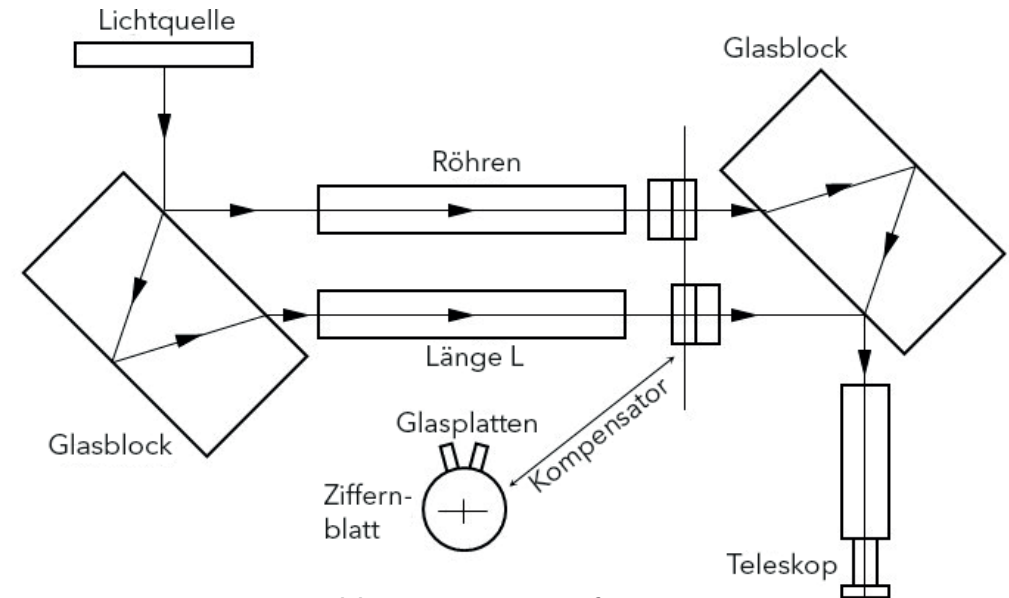


Abb. A23 Jamin-Interferometer

Es gibt verschiedene Arten von Interferometern, wobei die bekanntesten wahrscheinlich Michelson, Jamin, Mach-Zehnder, Raleigh und Fabry-Perot sind.

Eines dieser Instrumente, das Jamin-Interferometer, ist in Abbildung A23 schematisch dargestellt. Bei diesem Instrument sind die oben genannten getrennten Lichtstrahlen so angeordnet, dass sie zwei ähnliche Probenhalter durchlaufen. Für die RI-Messung von Gasen würden diese Halter die Form

identischer evakuierter Glasröhren haben, in die allmählich Probengase eingeführt werden könnten. Gasdrücke und -temperaturen werden registriert.

Wenn die Gase unterschiedliche Brechungsindizes haben, werden sich die optischen Weglängen innerhalb der Röhren allmählich ändern, wenn die Gase eingeführt werden, und eine entsprechende Änderung wird im Interferenzmuster des Teleskops stattfinden. Durch Auswerten der Interferenzstreifen, wenn die



Gase eingeführt werden, können Unterschiede in der Weglänge und somit Unterschiede im Brechungsindex gemessen werden, wie unten angegeben.

Wenn die Rohrlänge  $L$  ist, dann ist die optische Weglänge für Luft ebenfalls  $L$  (wenn der Brechungsindex als 1 angenommen wird).

Wenn nun das andere Rohr ein anderes Gas enthält, ist die Weglänge  $L \cdot n$ , wobei  $n$  der RI des anderen Gases ist.

Der Unterschied in der Weglänge wird daher sein:

$$(n-1) \cdot L$$

Wenn die Wellenlänge des Lichts von der Quelle  $\lambda$  ist, dann ist die Wegdifferenz in Interferenzlinien

$$(n-1) \cdot L / \lambda$$

$\lambda$  = Wellenlänge

Angenommen, die Gesamtzahl der Linien, die sich nach Einführung des Testgases verschieben, ist dann

$$(n - 1) \cdot L = \lambda$$

oder 
$$n = (\lambda / L) + 1$$

Einige Interferometer, einschließlich des Jamin und des Raleigh, verwenden ein Kompensatorsystem, das aus zwei identischen Glasplatten besteht, eine in jedem Lichtstrahl. Diese Platten sind in einer festen Neigung zueinander angeordnet und das Paar ist so angeordnet, dass es durch einen kalibrierten Drehknopf zusammen gedreht werden kann. Wenn der Kompensator gedreht wird, verkürzt sich dadurch eine Weglänge, während der andere sich verlängert. Die Empfindlichkeit des Kompensators kann durch Ändern der Neigung zwischen den Platten geändert werden. Die zur Kompensation erforderliche Änderung der optischen Weglänge kann aus der Kenntnis der Dicke und des Brechungsindex der Platten berechnet werden.

Der Kompensator kann verwendet werden, um das Streifenmuster stationär zu halten, da allmähliche Änderungen des RI oder der Temperatur in den Röhrchen stattfinden. Dies vermeidet die Notwendigkeit, Streifen zu zählen, und beschleunigt somit die Messung. Manchmal ist es praktisch, die Skala direkt im Hinblick auf den Brechungsindex zu kalibrieren.

Das Jamin-Refraktometer kann verwendet werden, um Differenzmessungen zwischen Feststoffen und Flüssigkeiten mit nahezu demselben RI durchzuführen. Der RI von dünnen Filmen kann auch an diesem Instrument gemessen werden. Da optische Weglängen mit bis zu 1/5 Linien gemessen werden können, kann diese Art der Messung sehr genau sein, insbesondere wenn kleine Änderungen des RI eines Feststoffs oder einer Flüssigkeit gemessen werden müssen oder wenn die Substanz ein Gas ist.

## SKALEN

Refraktometer können mit verschiedenen Skalen für unterschiedliche Anwendungen ausgestattet werden. Die gebräuchlichsten Skalen sind der Brechungsindex (die Grund- oder Primärskala) und Brix, der in der Lebensmittelindustrie weit verbreitet ist. Diese beiden Skalen werden für eine Vielzahl von Anwendungen sowohl in der Qualitätskontrolle / -sicherung als auch in der Forschung und Produktentwicklung eingesetzt. Es gibt viele andere Refraktometer-Skalen, die verwendet werden, aber es besteht oft ein Missverständnis darüber, welche Skala verwendet werden soll und was die Skala tatsächlich bedeutet.

Wir haben bereits gelernt, dass der Brechungsindex eine Beziehung zwischen der Lichtgeschwindigkeit im Vakuum und der eines Materials (oder einer Probe) ist. Der Brechungsindexwert wird als Verhältnis ausgedrückt und die Zahl selbst ist unhandlich (6 Dezimalstellen und nichtlinear) und daher im Alltag kaum zu gebrauchen. Zum Beispiel beträgt der RI von Wasser

# Refraktometrie-Fibel

1,33298 und der von 50 Gew.-% Saccharose 1,435678.

Das Refraktometer wurde Mitte des 19. Jahrhunderts von Ernst Abbe erfunden, um die optische Streuung in Glaslinsen zu bestimmen, die für die Verwendung in Mikroskopen während der Arbeit bei der Firma Karl Zeiss entwickelt wurden. Das Instrument wurde fast 50 Jahre lang ausschließlich für die wissenschaftliche Forschung verwendet, aber ein Anstieg des Zuckerverbrauchs um die Jahrhundertwende und die Fähigkeit eines Refraktometers, die Zuckerkonzentration in verschiedenen Konzentrationen durch den Produktionsprozess zu messen, führten bald zur Entwicklung der ersten RI-bezogenen Skala.

Die 1897 gegründete Internationale Kommission für einheitliche Methoden der Zuckermanalyse (ICUMSA) entwickelte diese erste Beziehung zwischen dem Brechungsindex und dem Saccharoseanteil. Von diesem Zeitpunkt an wurden Refraktometer im Allgemeinen mit RI- und Saccharose-Skalen auf einem einzelnen Gitter geliefert. Eine Strichplat-

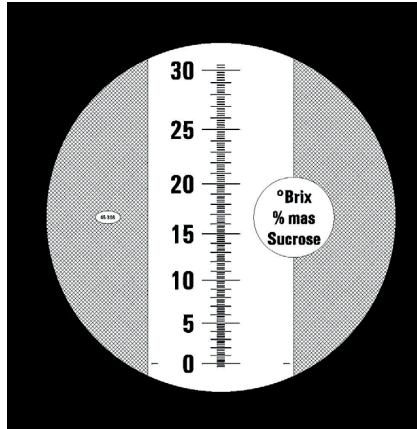


Abb. A24 Brix-Skala

te ist das Element, von dem der tatsächliche Messwert auf einem optischen Instrument wie bei einem tragbaren- oder Abbe-Refraktometer abgenommen wird.

In den folgenden Jahren wurden viele andere Beziehungen zwischen Konzentration und Brechungsindex hergestellt, so dass Direktablesungen der Zusammensetzung bestimmter binärer Lösungen / Mischungen leicht abgelesen werden können.

Eine übliche Skala, um den Brechungsindex und damit die Konzentration in der Lebensmittel- und anderen Industrien auszudrücken, ist Brix.

Brix ist tatsächlich als Gew.-% Saccharose in einer wässrigen Lösung bei 20 °C und bei 589 nm definiert (entspricht Abb. A24); das ist das gleiche wie die ICUMSA-Skala.

Bei der Messung einer reinen Saccharoselösung kann der Brix-Wert als WAHR bezeichnet werden.

Für Proben, die andere gelöste Feststoffe wie Phosphorsäure in einem Cola-Getränk enthalten oder aus einem völlig anderen gelösten Stoff bestehen, ergibt der Brix-Wert jedoch nur eine APPARENTE Konzentration.

Dies liegt daran, dass die Beziehung zwischen den Komponenten der Probe und der kalibrierten Skala nicht mehr miteinander zusammenhängt. Da die Beziehung jedoch stabil ist, wird der Brix-Wert trotzdem für Qualitätskontrollzwecke neben anderen einfachen Messungen wie Dichte, optische Drehung, pH-Wert und dergleichen angegeben.

Ein Beispiel dafür ist die Herstellung von Fruchtsaft, bei der der Brixwert die Gesamt-

konzentration des Getränks zur Verdünnungskontrolle in der Produktion liefert und die Titration dann den zusätzlichen Säuregehalt am letzten Qualitätskontrollpunkt liefert.

Die Brix-Skala wird aber auch als willkürlicher Wert verwendet, z.B. um die Konzentration von Schneidöl und Wasserkühlmitteln in Werkstätten zu steuern, die zur Abführung der an der Werkzeug- / Produktschnittstelle während der Bearbeitung entstehenden Wärme verwendet werden. Seit der Entwicklung der Zuckerskala (Brix) wurden zahlreiche andere anwendungsspezifische Konzentrationskalen entwickelt. Viele basieren auf veröffentlichten Zusammenhängen, wie sie beispielsweise in Publikationen wie dem CRC Handbook of Chemistry and Physics (CRC) zitiert werden. Auf veröffentlichten Daten basierende Skalen umfassen den Salzgehalt (NaCl), Ethylen- oder Propylenglykol sowie andere für die Weinindustrie entwickelte Skala.

Typisch dafür sind die Oechsle-Skalen, mit denen das spezifische Gewicht des Weins

# Refraktometrie-Fibel

Mithilfe eines Refraktometers anstelle eines Aräometers angezeigt wird. Es gibt mindestens drei Oechsle-Skalen, die sich je nach Herkunft (Frankreich, Deutschland und Schweiz) leicht unterscheiden. Andere Weinskalen umfassen z.B. Baumé und Alkoholgehalt (siehe Abb. A25 und A26).

Frostschutzskalen können in RI- oder %-Konzentrationskalen ausgedrückt werden, wenn sie von Installateuren von Wärmeaustauschsystemen mit Solarkollektoren oder von Flugzeugingenieuren für das Testen von Enteisungsflüssigkeiten verwendet werden, die im Winter auf Flugzeuge gesprüht werden.

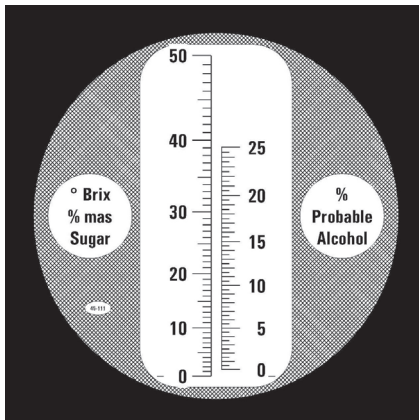


Abb. A25 Weinskalen: Brix und % Alkohol

Sie werden auch in Automobilanwendungen eingesetzt, wo sie nicht in Bezug auf die Frostschutzkonzentration in Wasser kalibriert werden, sondern in Bezug auf die Temperatur, bei der die Lösung gefrieren würde.

Optische Refraktometer für Automobilanwendungen haben oft mehr als eine Skala, so dass dasselbe Instrument zur Messung der Batterie-Säure-Dichte, AdBlue® (ein Diesel-Abgaszusatz, der die NOx-Emissionen verringert) oder die Stärke der Scheibenwaschanlage verwendet werden kann.

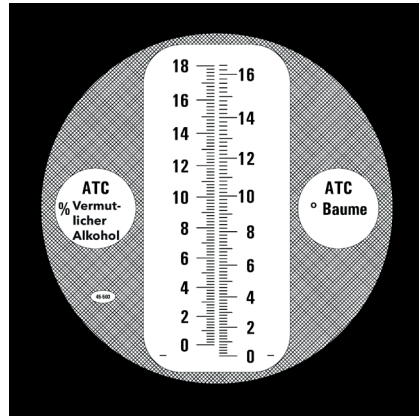


Abb. A26 Weinskala: % Alkohol und Baumé

Viele RI-Konzentrationskalen sind nicht linear. Dies macht das Ablesen von den Skalen des optischen Instruments am unteren Ende der Skala schwieriger. Infolgedessen wurden einige lineare Skalen entwickelt, die es dem menschlichen Auge erleichtern, die Ablesung zu interpretieren; dann wird der tatsächliche RI-Wert (oder ein anderer Wert) mithilfe von Nachschlagetabellen oder einem PC-Programm bestimmt.

Elektronische Instrumente haben natürlich mit einer solchen Nichtlinearität keine Probleme, aber da sich viele Methoden unter Verwendung dieser linearen Skalen entwickelt haben, bleiben sie wichtig. Zeiss und Butyro sind gute Beispiele für solche linearen Skalen.

Die Zeiss-Skala war ursprünglich nur für Immersionsrefraktometer vorgesehen, ist aber bei heutigen digitalen Messgeräten mit hoher Genauigkeit immer noch üblich. Durch die Verwendung einer linearen Skala betrug die Brix-Genauigkeit des Immersions-Refraktometers zwei Dezimalstellen und war über viele Jahre das

bevorzugte Instrument der großen Erfrischungsgetränkemhersteller, die die Qualität der fertigen Cola und vor allem die Ausbeute an wertvollen Sirupen kontrollieren wollten.

Die Zeiss-Skala (siehe Abb. A27) ist auch in der Brauerei- und Weinindustrie beliebt, da sie in Kombination mit einer Dichtemessung den Alkoholgehalt von fertigen Bieren, Weinen und Apfelwein mit einer für die meisten Zollbehörden akzeptablen Genauigkeit liefern kann.

Ein weiteres Beispiel für eine linearisierte Skala ist die als Butyro bekannte Skala, die zur

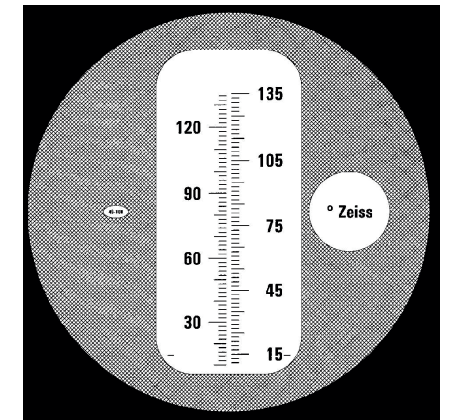


Abb. A27 Zeiss-Skala

# Refraktometrie-Fibel

Messung von Pflanzenöl und tierischen Fetten sowie von Ghee in Asien verwendet wird.

Dies ist willkürlich und kann mittels Tabellen auf RI oder verwandte Funktionen zurückgeführt werden. Im Gegensatz zu RI- oder Zuckerskalen wird die Butyro-Skala bei 45 °C kalibriert, da Öle und Fette bei dieser Temperatur in flüssiger Form vorliegen und somit eine wesentlich bessere Messung ermöglichen.

Praktisch jede Lösung oder Mischung, wässrig oder nicht, die einen auf ihre Konzentration bezogenen Brechungsindex aufweist, kann in einem Refraktometer skaliert werden, um eine direkte Anzeige zu erhalten. Durch die Erstellung eines Linienrasters für ein optisches Instrument wird dies jedoch eingeschränkt, sodass Benutzerskalen im Allgemeinen nur mit digitalen Handrefraktometern oder Laborrefraktometern ermöglicht werden.

Das Erstellen einer Anwenderskala ist relativ einfach. Nur vier oder fünf Proben bekannter Konzentration, die den erforderlichen Bereich ab-



Abb. A28 Messdisplay

decken, müssen zur Bestimmung ihres Brechungsindex genau gemessen werden. Dann wird mathematisch ein Interpolationspolynom bestimmt, das in das Refraktometer geladen werden kann, so dass ein direktes Ablesen der Konzentration an jedem Punkt erreicht wird.

(Abbildung A28 zeigt die Darstellung der Messwerte im Refraktometerdisplay).

Ein RFM-Refraktometer verfügt über eine umfangreiche Bibliothek gängiger Skalen sowie eine einfache Gleichung zum Laden einer benutzerdefinierten Skala basierend auf RI vs. Konzentration.

Wert der benutzerdefinierten Skala	=	$A + Bx + Cx^2 + Dx^3 + Ex^4 + Fx^5$
------------------------------------	---	--------------------------------------

Anm.:

x = gemessener RI  
A,B,C,D,E & F sind Polynomkonstanten

# Refraktometrie-Fibel

## ZUSAMMENFASSUNG

Abschließend soll daran erinnert werden, dass ein Refraktometer kein chemisch-analytisches Instrument ist - es kann keine Chemikalie von einer anderen unterscheiden.

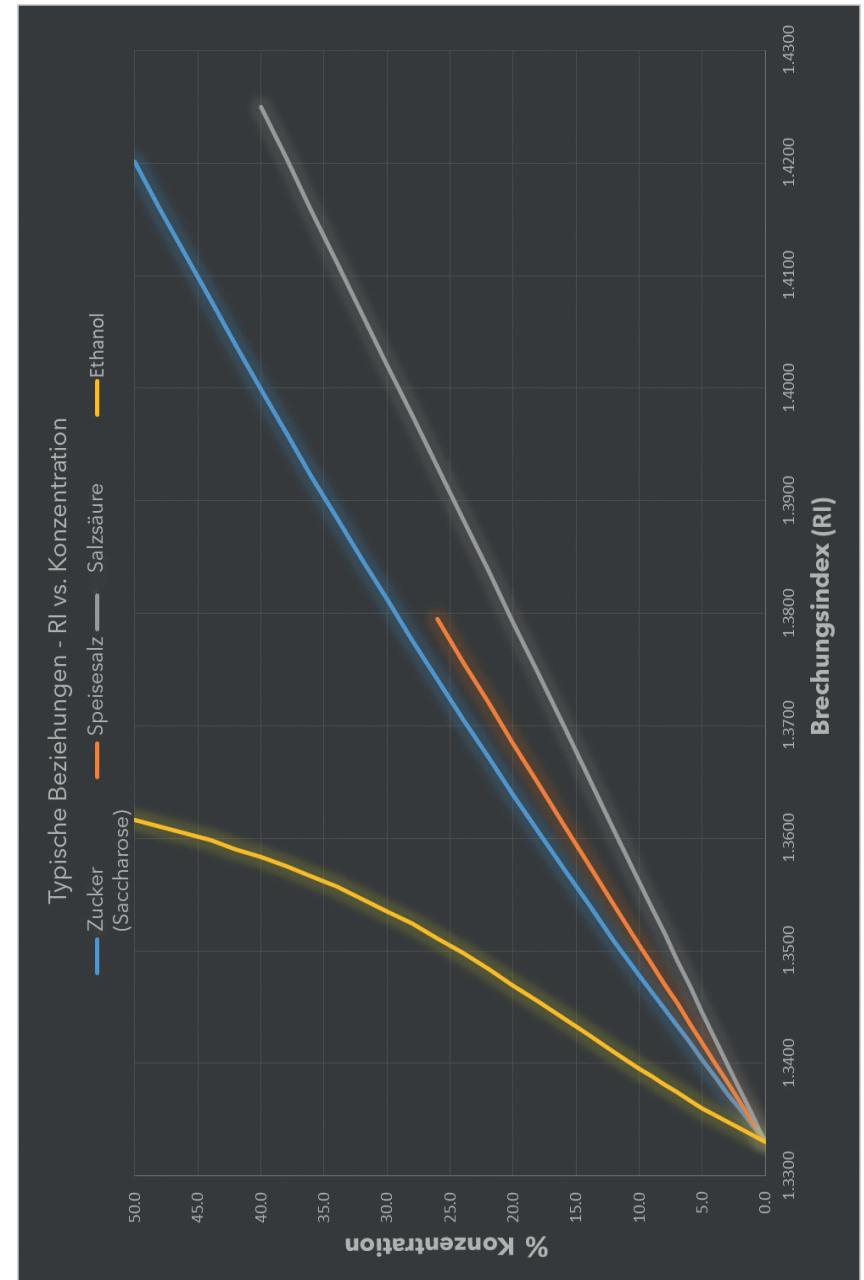
Es ist ein Präzisionsmessgerät, das einfach den Brechungsindex der Testflüssigkeit misst - ein einzelner Wert. Um diesen Wert in eine sinnvolle Größe wie eine Konzentration umzuwandeln, sind andere Informationen über die Chemie des Testmaterials erforderlich.

Eine einfache Skala funktioniert nur für eine binäre Mischung. Daher liefert die Brix-Skala nur dann genaue Gew.-% Feststoffe, wenn Sie reine Saccharoselösungen in Wasser messen.

Häufig ist zur Qualitätssicherung keine bestimmte chemische Konzentration erforderlich. Bei einem Serienfertigungsvorgang kann es ausreichend sein, ein wiederholbares Ergebnis wie den Brixwert zu messen.

Wiederholbarkeit oder Präzision, was dasselbe ist, ist hier das Wichtigste, und dies ist es, was ein Refraktometer bei einfacher Handhabung bieten kann.

Moderne Refraktometer eliminieren die Parameter, die in der Vergangenheit die Genauigkeit von Refraktometern eingeschränkt haben. So kann ein High-End-Refraktometer wiederholbare, genaue Messwerte von 5 oder sogar 6 Dezimalstellen RI oder bis zu 0,01 Brix für homogene Saccharoselösungen liefern, wodurch die Refraktometer ideal für Qualitätskontrolle sind: im Feld, in der Produktionshalle oder im Qualitätssicherungslabor.



## HÄUFIGE SKALEN

Industrie	Skala	Typischer Bereich
Primäre Skala	Brechungsindex (RI)	1,20 - 2,21
Häufige Skala	Saccharose Gew .-% (Brix)	0 - 100
Essen & Getränke	Glukose %	0 - 95
Essen & Getränke	Fruktose %	0 - 95
Essen & Getränke	Invertzucker %	0 - 95
Essen & Getränke	42 HFCS (Maissirup mit hohem Fruchtzuckeranteil)	0 - 95
Essen & Getränke	55 HFCS (Maissirup mit hohem Fruchtzuckeranteil)	0 - 95
Essen & Getränke	90 HFCS (Maissirup mit hohem Fruchtzuckeranteil)	0 - 95
Essen & Getränke	Wässrige Saccharose SG (d 20/20)	1,0000 - 1,44854
Essen & Getränke	Wässrige Saccharose SG (d 20/4)	0,99824 - 1,44598
Essen & Getränke	Wässrige Saccharose Dichte (g/cm <sup>3</sup> )	0,99821 - 1,44594
Essen & Getränke	Salzgehalt % (NaCl)	0 - 28
Essen & Getränke	Gesamtfeststoffe in % der Restmilch	5 - 15
Essen & Getränke	Wasser in Honig %	10 - 30
Essen & Getränke	°Butyro	0 - 100
Wein & Bier	Sugar % / % Mass w/w (°Brix)	0 - 95
Wein & Bier	Oechsle (Deutschland)	30 - 130
Wein & Bier	Oechsle (Schweiz)	0 - 130
Wein & Bier	°Baumé	0 - 28
Wein & Bier	Alkoholgehalt (AP)	0 - 22
Wein & Bier	KMW (Babo)	0 - 25
Wein & Bier	Stammwürze SG	1,000 - 1,120
Wein & Bier	°Plato	0 - 30
Wein & Bier	°Zeiss (für Vol .-% Alkohol mit Hydrometer)	10 - 135

## HÄUFIGE SKALEN

Industrie	Skala	Typischer Bereich
Biowissenschaft	Vormilch (Kolostrum)	Gut - Schlecht
Biowissenschaft	Salzgehalt Meerwasser PPT ‰	0 - 180
Biowissenschaft	Meerwasser spezifisches Gewicht	1,000 - 1,090
Biowissenschaft	Serum Protein (SG)	0 - 30
Biowissenschaft	Spezifisches Gewicht des Urins (SG) Mensch	1,000 - 1,050
Biowissenschaft	Spezifisches Gewicht des Urins (SG) Großes Säugetier	1,000 - 1,050
Biowissenschaft	Spezifisches Gewicht des Urins (SG) Kleines Säugetier	1,000 - 1,050
Automobil	AdBlue®/DEF (NOx Reduktion)	0 - 40
Automobil	Ethylenglykol °C Schutz	0 to -50
Automobil	Ethylenglykol °F Schutz	30 to -40
Automobil	Propylenglykol °C Schutz	0 to -50
Automobil	Propylenglykol °F Schutz	30 to -40
Automobil	Scheibenwaschflüssigkeit	0 to -40
Industriell	Calciumchlorid %	0 - 40
Industriell	Ethanol %	0 - 20
Industriell	Propylenglykol Vol .-%	0 - 60
Industriell	Ethylenglykol Vol .-%	0 - 60
Industriell	Ethylenglykol Gew .-%	0 - 60
Industriell	FSII DiEGME (ASTM D 5006)	0,0 to 0,25
Industriell	Methanol %	0 - 40
Industriell	Natriumsulfat %	0 - 22
Industriell	Stärke %	0 - 30
Industriell	Schwefelsäure SG (d20/20) Batteriesäure	1,000 - 1,500
Industriell	Harnstoff % (CRC-Daten)	0 - 40

AdBlue®: eingetragene Marke des VDA Verband der Automobilindustrie e.V..

## Xylem | 'zīləm|

- 1) Das Gewebe in Pflanzen, das Wasser von den Wurzeln nach oben befördert;
- 2) ein führendes globales Wassertechnologie-Unternehmen.

Wir sind ein globales Team, das ein gemeinsames Ziel eint: innovative Lösungen zu schaffen, um den Wasserbedarf unserer Welt zu decken. Im Mittelpunkt unserer Arbeit steht die Entwicklung neuer Technologien, die die Art und Weise der Wasserverwendung und die Aufbereitung sowie Wiedernutzung von Wasser in der Zukunft verbessern. Wir unterstützen Kunden aus der kommunalen Wasser- und Abwasserwirtschaft, der Industrie sowie aus der Privat- und Gewerbegebäudetechnik mit Produkten und Dienstleistungen, um Wasser und Abwasser effizient zu fördern, zu behandeln, zu analysieren, zu überwachen und der Umwelt zurückzuführen. Darüber hinaus hat Xylem sein Produktportfolio um intelligente und smarte Messtechnologien sowie Netzwerktechnologien und innovative Infrastrukturen rund um die Datenanalyse in der Wasser-, Elektrizitäts- und Gasindustrie ergänzt. In mehr als 150 Ländern verfügen wir über feste, langjährige Beziehungen zu Kunden, bei denen wir für unsere leistungsstarke Kombination aus führenden Produktmarken und Anwendungskompetenz, getragen von einer Tradition der Innovation, bekannt sind.

**Weitere Informationen darüber, wie Xylem Ihnen helfen kann, finden Sie auf [www.xylem.com](http://www.xylem.com)**



a xylem brand

### **Xylem Analytics Sales GmbH & Co. KG Dept. Bellingham + Stanley**

Hattenbergstr. 10  
55122 Mainz  
Germany

Phone: +49.(0)6131.66.5111  
Fax: +49.(0)6131.66.5001  
E-Mail: [bs.germany@xyleminc.com](mailto:bs.germany@xyleminc.com)  
Internet: [www.XylemAnalytics.com](http://www.XylemAnalytics.com)



Überreicht durch:

*SI Analytics is a trademark of Xylem Inc. or one of its subsidiaries.*

© 2019 Xylem, Inc. 980 105D Version 10/2019