

## 0622 折光率测定法

### 1 简述

当光线从一种透明介质进入另一种透明介质时，如两种介质的密度不同，则光线在这两种介质中的传播速度不同，其进行方向就会改变，使光线在两种介质平滑界面上发生折射。常用的折光率系指光线在空气中进行的速度与其在供试品中进行速度的比值。根据折射定律折光率  $n$  是光线入射角的正弦  $\sin i$  与折射角的正弦  $\sin r$  的比值。

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

当光线从光疏介质进入光密介质，它的入射角接近或等于  $90^\circ$  时，折射角就达到最高限度，此时的折射角称为临界角  $r_c$ ，而此时的折光率应为

$$n = \frac{\sin i}{\sin r_c} = \frac{\sin 90^\circ}{\sin r_c} = \frac{1}{\sin r_c}$$

因此，只要测定了临界角，即可计算出折光率。折光计用以测定折光率的基本原理，主要就是利用临界角来设计的。折光计的种类有普氏（Pulfrich）折光计、浸入式（Immersion）折光计和阿贝（Abbe）折光计等。通常使用的都是阿贝折光计。阿贝折光计主要由两个折射棱镜、色散棱镜、观测镜筒、刻度盘和仪器支架等组成。仪器的两个折射棱镜中间可放入液体样品，当光线从液层以  $90^\circ$  射入棱镜时，则其折射角  $r_c$  为临界角，由于临界光线的缘故，使产生受光与不受光照射的地方，因而在观测镜筒内视野有明、暗区域，将明暗交界面恰好调至镜筒视野内的十字形发丝交叉处，此值在仪器上即显示为折光率。

折光率的大小与光线所经过的第二种物质性质有关，并与测定时的温度以及光线的波长有关，温度升高，折光率变小，光线的波长愈短，折光率就愈大，折光率常以 $n_D^t$ 表示，D 为钠光谱 D 线（589.3nm）。温度除另有规定外，供试品温度应为 20℃。测定折光率可用区别不同油类或检查某些药物的纯杂程度。

## 2 仪器与性能测试

折光计又名折射仪，是较早出现的商品分析仪器之一，在 20 世纪 60 年代前，我们使用的仪器大都是国外厂家生产的。读数可读至 0.0001，测定范围 1.3000~1.7000，上下棱镜可用恒温水调节，使用比较方便。60 年代后我国也能生产阿贝折光计，开始生产时其结构比较简单，后期质量不断改进，基本能满足药品分析需要。80 年代后期又出现数字式阿贝折光计，观察读数方便可靠，减少了读数的误差。

目前国内折光计测量范围多为 1.3~1.7，最小读数为 0.0001，能符合《中国药典》要求。仪器的准确度，可用仪器附有的标准折光率玻璃校正，上面注明使用温度和规定值，使用时核对读数值与规定值是否相符。如有误差，可在测量后加减误差值，或调整仪器读数使其符合规定值。最简单的校正方法是用纯水校正，20℃纯水折光率为 1.3330，温度每上升或下降 1℃折光率降低或升高 0.0001。《中国药典》2010 年版附录规定，折光计应使用校正用玻璃或水进行校正，水的折光率 20℃时为 1.3330,25℃时为 1.3325，40℃时为 1.3305。

## 3 样品测定操作方法

折光率的测定，主要用于一些油类性状项下的物理常数检查，也有些文献和资料用以测定纯度和含量，但后者由于专属性不高和测定时有一定误差，一般很少使用。《中国药典》规定的折光率均为上下限值，要求测定结果在此限度内即为合格。除另有规定外，要求测定温度均为  $20^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

测定时应先将仪器置于有充足光线的平台上，但不可受日光直射，并装上温度计，置  $20^{\circ}\text{C}$  恒温室中至少 1h，或连接  $20^{\circ}\text{C}$  恒温水浴至少 0.5h，以保持稳定温度，然后使折射棱镜上透光处朝向光源，将镜筒拉向观察者，使成一适当倾斜度，对准反射镜，使视野内光线最明亮为止。将上下折射棱镜拉开，用玻棒或吸管蘸取供试品约 1~2 滴，滴于下棱镜面上，然后将上下棱镜关合并拉紧扳手。转动刻度尺调节钮，使读数在供试品折光率附近，旋转补偿旋钮，使视野内虹彩消失，并有清晰的明暗分界线。再转动刻度的调节钮，使视野的明暗分界线恰位于视野内十字交叉处，记下刻度尺上的读数。投影式折光计在读数时眼睛应与读数垂直，测量后要求再重复读数 2 次，取 3 次读数的平均值，即为供试品的折光率。

用标准玻片校正仪器时，应先将仪器置于光线明亮处，光线不经反射镜而直接射入棱镜，将下面的棱镜拉开，上面的棱镜平放，镜筒略向观察者下方，取标准玻片，大光滑面用溴萘（Monobromonaphthalene）黏附在上面棱镜的光滑面上，并使玻片的小光滑面朝向光线，然后旋转补偿旋钮，使视野内虹彩基本消失，并转动刻度的调节钮，使视野的明暗分界线恰位于视野内十字交叉

处，记下刻度尺读数。此时明暗两半的位置与正常观察时方向相反，但不影响读数结果，测量后再重复测量 2 次，取 3 次读数的平均值。如读数与玻片规定值相符，则折光计不需校正，否则可将棱镜恰好调至玻片规定的折光率处，再用附件的小钥匙插向镜筒旁的小方孔内螺丝上，轻微转动，直至明暗交界处恰好移至十字交叉处即可。投影式折光计校正方法同上，但标准玻片黏附在下面棱镜处。

#### **4 注意事项**

4.1 仪器必须置于有充足光线和干燥的房间，不可在有酸碱气或潮湿的实验室中使用，更不可放置仪器于高温炉或水槽旁。

4.2 大多数供试品的折光率受温度影响较大，一般是温度升高折光率降低，但不同物质升高或降低的值不同，因此在测定时温度恒定至少半小时。

4.3 上下棱镜必须清洁，勿用粗糙的纸或酸性乙醚擦拭棱镜，勿用折光计测试强酸性或强碱性供试品或有腐蚀性的供试品。

4.4 滴加供试品时注意棒或滴管尖不要触及棱镜，防止棱镜造成划痕。加入量要适中，使在棱镜上生成一均匀的薄层，检品过多，会流出棱镜外部，检品太少，能使视野模糊不清，同时勿使气泡进入样品，以免气泡影响折光率。

4.5 读数时视野中的黑白交叉线必须明显，且明确的位于十字交叉线上，除调节色散补偿旋钮外，还应调整下部反射镜或上棱镜透光处的光亮强度。

4.6 测定挥发性液体时，可将上下棱镜关闭，将测定液沿棱镜进样孔

流入，要随加随读，测固体样品或用标准玻片校正仪器时，只能将供试品或标准玻片置于测定棱镜上，而不能关闭上下棱镜。

4.7 测定结束时，必须用能溶解供试品的溶剂如水、乙醇或乙醚将上下棱镜擦拭干净，晾干，放入仪器箱内，并放入硅胶防潮。

起草人：于延华（山东省药品检验所）  
修订人：周静远（天津市药品检验所）