

Оптические методы анализа: поляриметрия.
Аппартурная схема прибора, область применения в
фармацевтическом анализе.

ВЫПОЛНИЛА: ЕСЕНАЛИЕВА Б.

ПРИНЯЛА:

Введение

Поляриметрия — методы физических исследований, основанные на измерении степени поляризации света и угла поворота плоскости поляризации света при прохождении его через оптически активные вещества. Угол поворота в растворах зависит от их концентрации; поэтому поляриметрия широко применяется для измерения концентрации оптически активных веществ.

Методы исследования излучения, основанные на измерении:

- степени поляризации излучения (света, радиоволн)
- оптической активности веществ или их растворов

Поляриметрия используется для исследования излучений, а также в аналитической и структурной химии.

Поляриметрический метод анализа основан на способности веществ отклонять плоскость поляризации при прохождении через них поляризованного света.

Вещества, отклоняющие плоскость поляризации света вправо или влево, называются оптически активными.

Если вращение плоскости поляризации происходит вправо (по движению часовой стрелки), то вещество называют правовращающим и перед названием его ставят индекс d или знак + (плюс); если вращение плоскости поляризации происходит влево (против часовой стрелки), то вещество называют лево-вращающим и перед названием его ставят индекс l или знак - (минус).

Величину отклонения плоскости поляризации от начального положения, выраженную в угловых градусах, называют углом вращения и обозначают греческой буквой α .

Величина угла вращения зависит от природы оптически активного вещества, толщины его слоя, температуры, природы растворителя и длины волны света.

Как правило, определение оптического вращения проводят при $20\text{ }^\circ\text{C}$ и при длине волны линии D спектра натрия (589,3).

Оптическая активность вещества характеризуется удельным вращением, т. е. вращением плоскости поляризации, вызванного слоем вещества (l) толщиной 1 дм при концентрации C , равной 1 г вещества в 1 мл объема при $20\text{ }^\circ\text{C}$. Обозначают удельное вращение знаком $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$.

Удельное вращение растворов вычисляют по формуле:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \cdot 100}{l \cdot C},$$

где: α - измеренный угол вращения, градусы; l - толщина слоя раствора, дм; C - концентрация раствора, %.

Зная удельное вращение вещества, постоянное в определенном интервале концентраций, можно вычислить его содержание в растворе в процентах (C) по формуле:

$$C = \frac{\alpha \cdot 100}{[\alpha]_D^{20} \cdot l}.$$

Для жидких индивидуальных веществ удельное вращение определяется по формуле:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \cdot \rho},$$

где: α - измеренный угол вращения, градусы; l - толщина слоя вещества, дм; ρ - плотность жидкости, г/см³.

Метод поляриметрии широко используется в фармацевтическом анализе для установления оптической активности лекарственных веществ, качественной и количественной оценки их.

Для измерения угла вращения плоскости поляризации применяют приборы, называемые поляриметрами.

Поляриметр

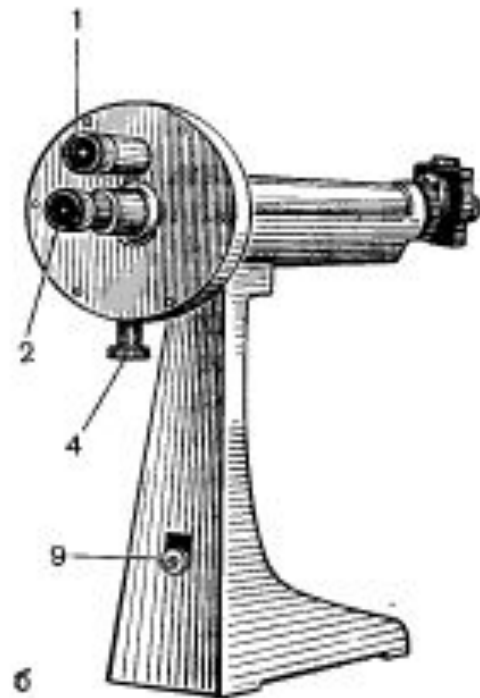
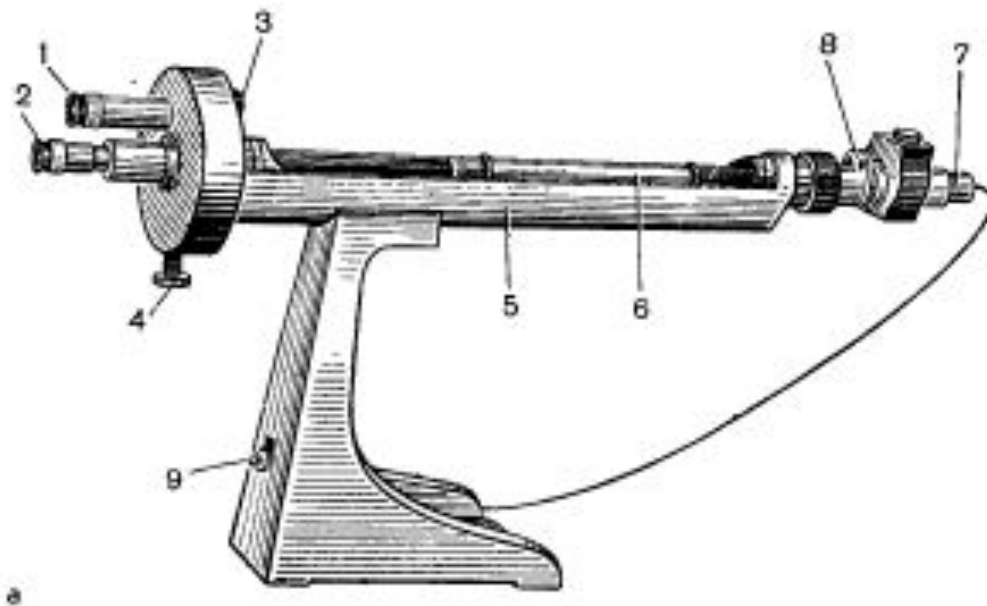


Рис. 4. Устройство поляриметра кругового.

а — вид сбоку; б — вид спереди; 1 — линза для отсчета показаний по шкале; 2 — зрительная труба; 3 — винт для установки шкалы на ноль с помощью съемного винта; 4 — рукоятка передачи; 5 — камера для кювет; 6 — поляриметрическая кювета; 7 — электрическая лампа; 8 — поворотная обойма с матовым стеклом-светофильтром; 9 — тумблер.

~~Оптическая система прибора. Свет от источника излучения через светофильтр (или матовое стекло) попадает на призму-поляризатор, которая образует на выходе два разделенных поляризованных пучка, причем потоки в каждом из них равны. Поляризатор установлен так, что плоскости поляризации обоих пучков составляют один и тот же угол с плоскостью поляризации анализатора. Если на пути обоих пучков установлена кювета с раствором, то плоскости поляризации будут повернуты и один из пучков будет больше ослаблен анализатором, чем другой. Поворот компенсатора позволит скомпенсировать указанное изменение потока. Одновременно вращается шкала, которая подсвечена через призму и наблюдается в лупу. Через зрительную трубу наблюдается окраска полей.~~

Порядок работы

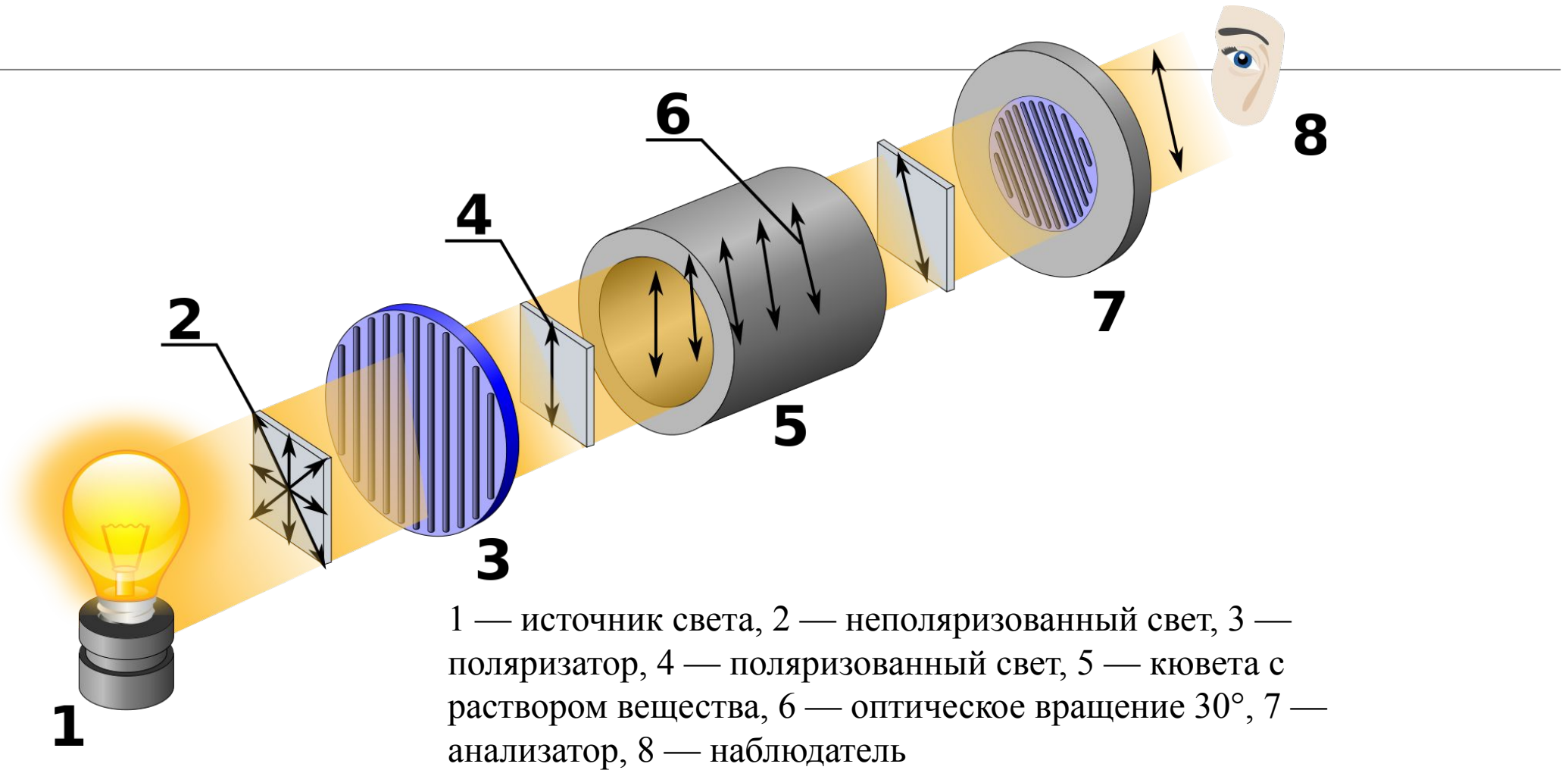
1. Окуляр зрительной трубы и лупу шкалы устанавливают (при помощи вращения их оправ) на максимальную резкость изображения так, чтобы вертикальная линия, разделяющая после зрения на две половины, была четко видна, а в поле зрения лупы ясно были видны штрихи и цифры нижней шкалы и нониуса (верхней шкалы).
2. Установка прибора на 0. Для этого добиваются полной однородности обеих половинок поля зрения с помощью рукоятки передачи. При этом нулевые деления шкалы и нониуса должны совпадать. В противном случае с помощью ключа перемещают нониус до совмещения его нулевого деления с нулевым делением шкалы.

3. Заполнение поляриметрической кюветы. Перед наполнением кювету промывают испытуемым раствором два раза; жидкости наливают столько, чтобы она выступала поверх краев трубки. Выжидают некоторое время, чтобы пузырьки газа поднялись вверх. Закрывают кювету чистым стеклом, как бы срезая выступающую жидкость.
4. Поляриметрическую кювету с испытуемым раствором вкладывают в камеру прибора, при этом изменяется однородность обеих половинок поля зрения. Вращением рукоятки передачи уравнивают их освещенность.
5. Производят отсчет показаний с точностью до 0,01.
6. Затем повторяют уравнивание освещенностей обеих половин поля зрения, и снова проводят отсчет показаний, повторяя 5 раз. Берут среднеарифметическое и принимают за результат. Выбор светофильтра. 1. Если при исследовании бесцветных или слабоокрашенных растворов не наблюдается различие в оттенках окраски обеих половин поля зрения, то поворотную обойму ставят в положение, соответствующее обозначению «М». При этом положении в оптическую систему вводится матовое стекло.

2. Если при поляризации бесцветных или слабоокрашенных растворов наблюдается некоторое различие в оттенках окраски обеих половин поля зрения, затрудняющее приведение поля зрения к однородности, то поворотную обойму ставят в положение, соответствующее обозначению «С». При этом положении в оптическую систему вводится светофильтр.

3. В случае работы с темноокрашенными растворами обойму ставят в положение без обозначения, что соответствует максимальной интенсивности освещения поля зрения.

Измерение оптической активности при помощи поляриметра



Вывод

С помощью оптических поляриметров определяют величину вращения плоскости поляризации света при прохождении его через оптически-активные среды (твёрдые вещества или растворы).

Поляриметрия широко применяется в аналитической химии для быстрого измерения концентрации оптически-активных веществ (см. Сахариметрия), для идентификации эфирных масел и в других исследованиях.

- Величина оптического вращения в растворах зависит от их концентрации и специфических свойств оптически-активных веществ.
- Измерение вращательной дисперсии света (спектрополяриметрия, определение угла вращения при изменении длины волны света позволяет изучать строение веществ).

Литература

- Волькенштейн М. В., Молекулярная оптика, М.-Л., 1951
- Джерасси К., Дисперсия оптического вращения, пер. с англ., М., 1962
- Терентьев А. П., Органический анализ, М., 1966