

**государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Пермская государственная фармацевтическая академия»
Министерства здравоохранения Российской Федерации**

Кафедра фармацевтической химии факультета очного обучения
Кафедра токсикологической химии

**КОМПЛЕКТ ЭЛЕКТРОННЫХ СЛАЙДОВ
«ИЛЛЮСТРАТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ПО ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫМ
МЕТОДАМ АНАЛИЗА ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ. ЧАСТЬ I»**

ПОЛЯРИМЕТРИЯ

Пермь, 2014

Авторы:

Доцент кафедры фармацевтической химии факультета очного обучения, директор Центра дистанционных образовательных технологий Пермской государственной фармацевтической академии *Саттарова О.Е.*, доцент кафедры токсикологической химии Пермской государственной фармацевтической академии, кандидат фармацевтических наук *Люст Е.Н.*, профессор кафедры фармацевтической химии факультета очного обучения Пермской государственной фармацевтической академии *Ярыгина Т.И.*

Рецензент:

Эвич Н.И., кандидат фармацевтических наук, доцент кафедры фармацевтической химии факультета дополнительного профессионального образования и факультета заочного обучения.

Комплект электронных слайдов предназначен для студентов 3-5 курсов факультета очного обучения

Утверждено Ученым советом ГБОУ ВПО ПГФА Минздрава России, протокол № 5 от 26 декабря 2013 г.

Содержание

1. Краткие теоретические основы метода
2. Конструкция поляриметра СУ-5
3. Конструкция портативного поляриметра
4. Порядок работы на поляриметре
5. Список литературы

1. Краткие теоретические основы метода

Оптическое вращение - это способность вещества вращать плоскость поляризации при прохождении через него поляризованного света.

В зависимости от природы оптически активного вещества вращение плоскости поляризации может иметь различное направление и величину.

Если от наблюдателя, к которому направлен свет, проходящий через оптически активное вещество, плоскость поляризации вращается по часовой стрелке, то вещество называют **правовращающим** и перед его названием ставят **знак "+"**, если же плоскость поляризации вращается против часовой стрелки, то вещество называют **левовращающим** и перед его названием ставят **знак "-"**.

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

Величина угла вращения зависит от:

- природы оптически активного вещества;
- длины пути поляризованного света в оптически активной среде (чистом веществе или растворе);
- длины волны света.

Для растворов величина угла вращения зависит от:

- природы растворителя;
- концентрации оптически активного вещества.

Величина угла вращения прямо пропорциональна длине пути света в оптически активной среде, т.е. толщине слоя оптически активного вещества или его раствора.

Влияние температуры в большинстве случаев незначительно.

Измерение величины угла вращения проводят:

- для оценки подлинности и чистоты оптически активного вещества;
- для определения концентрации оптически активного вещества в растворе.

Для оценки подлинности и чистоты вещества рассчитывают величину его **удельного вращения**.

Удельное вращение - угол вращения α плоскости поляризации монохроматического света при длине волны линии D спектра натрия (589,3 нм), выраженный в градусах, измеренный при температуре 20 °С, рассчитанный для толщины слоя испытуемого вещества 1 дм и приведенный к концентрации вещества, равной 1 г/мл.

Удельное вращение для растворов рассчитывают по формуле (1), для жидких индивидуальных веществ по формуле (2):

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \times 100}{l \times C} \quad (1)$$

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \times \rho} \quad (2)$$

α – угол вращения, в угловых градусах;

l – толщина слоя (длина трубки) в дециметрах;

C – концентрация раствора в граммах вещества на 100 мл раствора;

ρ – плотность жидкого вещества в граммах на 1 мл.

Содержание оптически активного вещества в растворе в процентах (С%) рассчитывают по формуле:

$$C^{(\%) } = \frac{\alpha \times 100}{l \times [\alpha]_D^{20}}$$

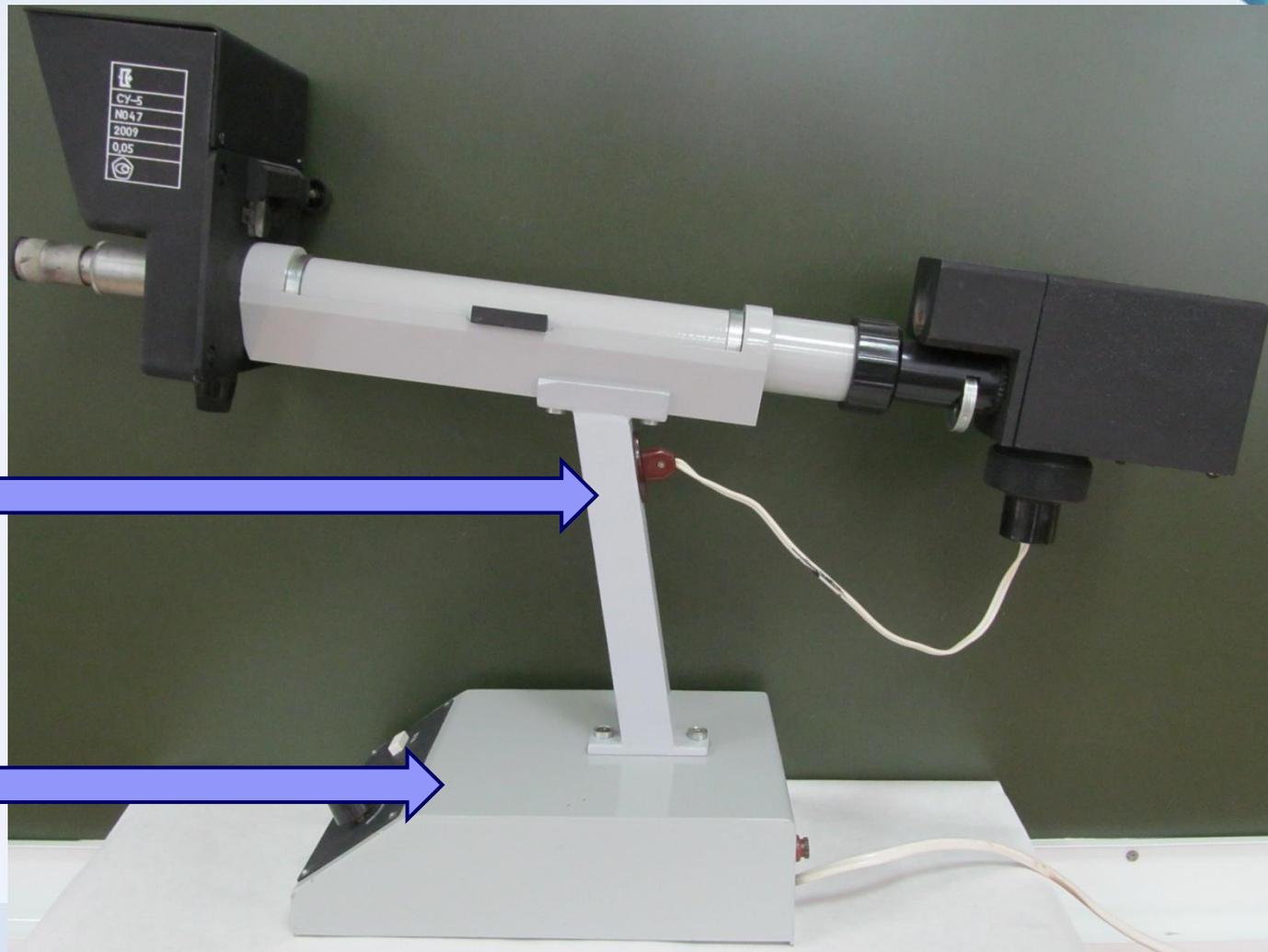
α – угол вращения в угловых градусах;

l – толщина слоя (длина трубки), в дециметрах;

$[\alpha]_D^{20}$ – величина удельного вращения вещества (в данном растворителе и для соответствующего интервала концентраций).

2. Конструкция поляриметра СУ-5

Конструкция поляриметра СУ-5



стойка

основание

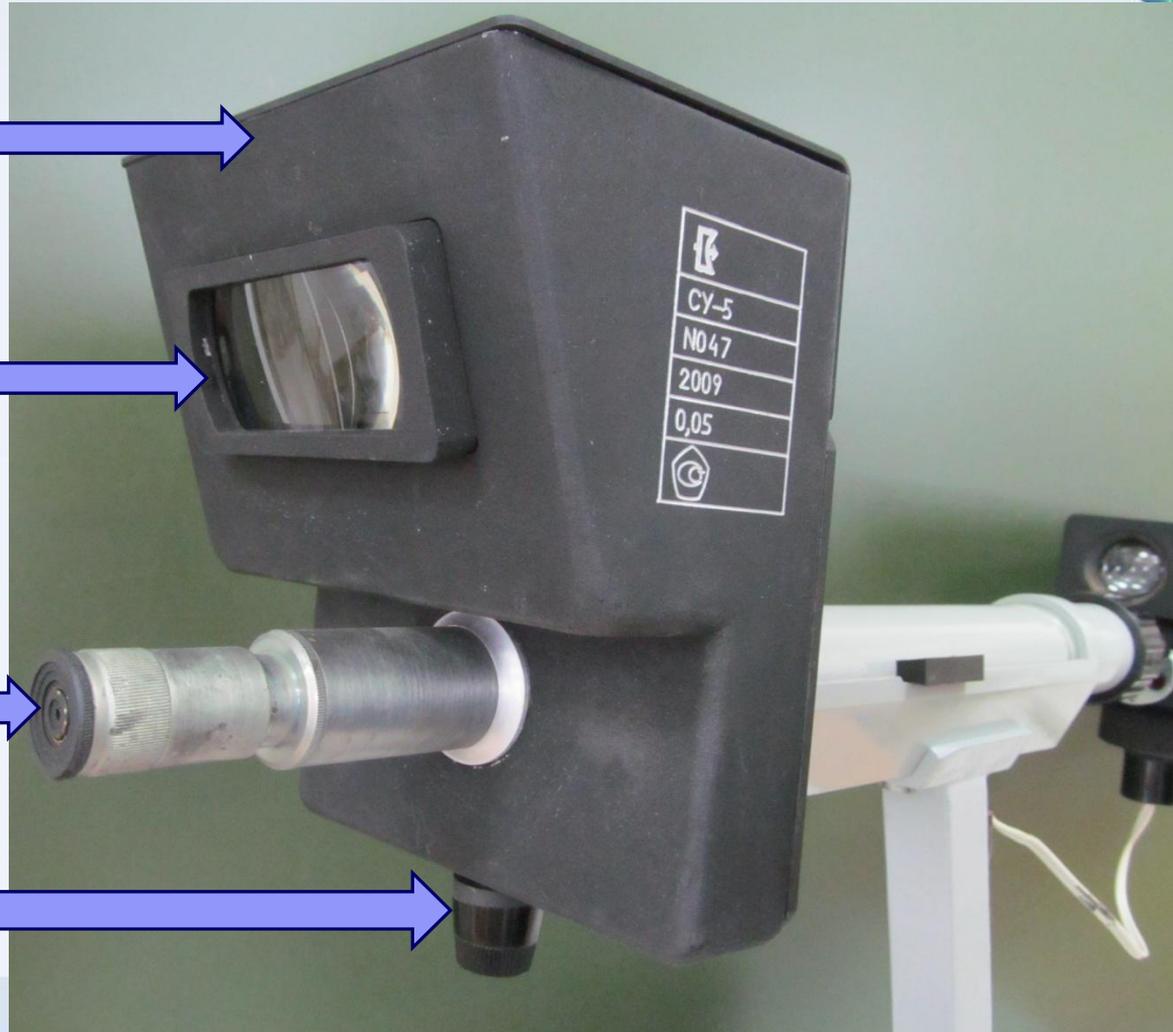
Конструкция поляриметра СУ-5

измерительная
головка

лупа

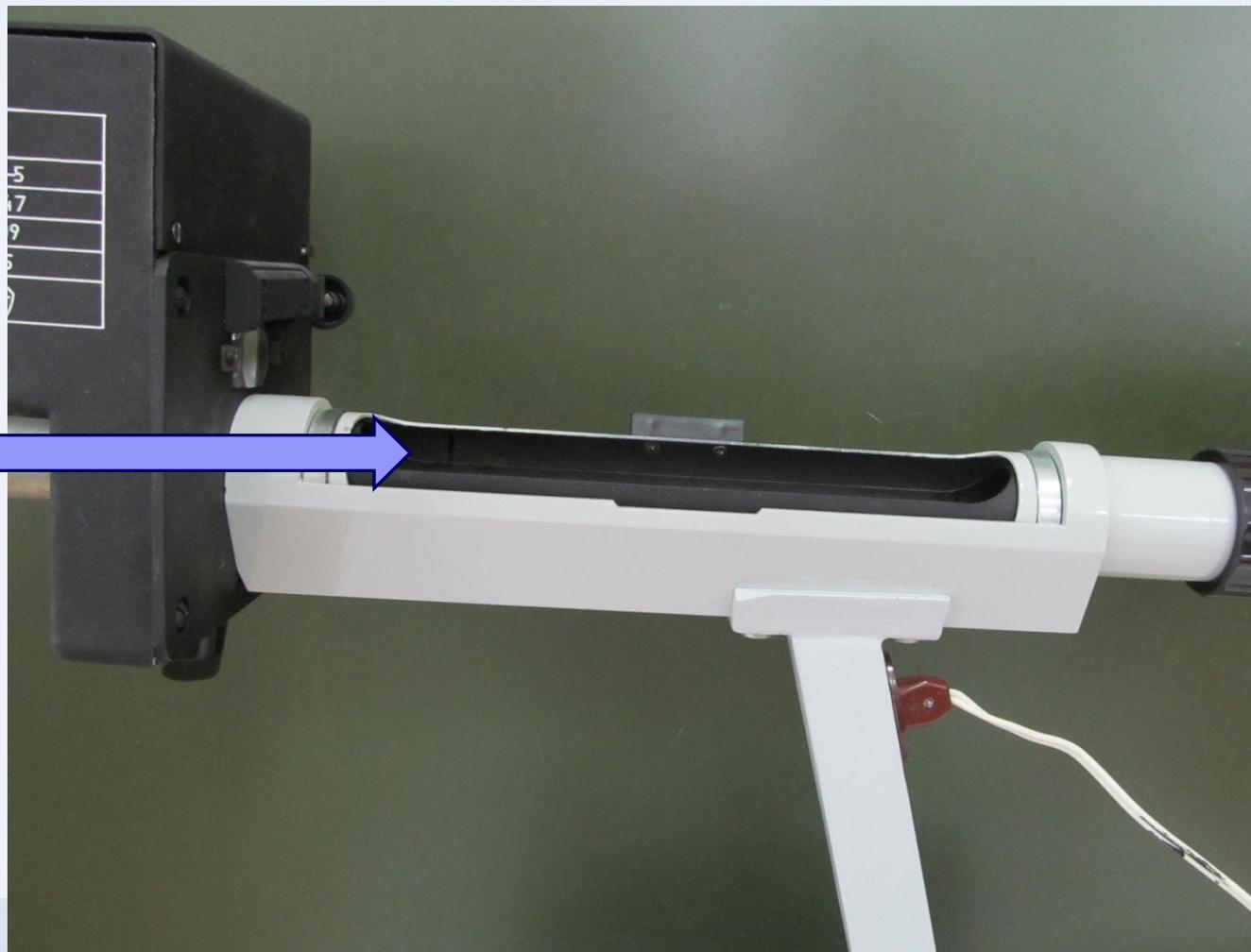
зрительная труба

рукоятка клинового
компенсатора



Конструкция поляриметра СУ-5

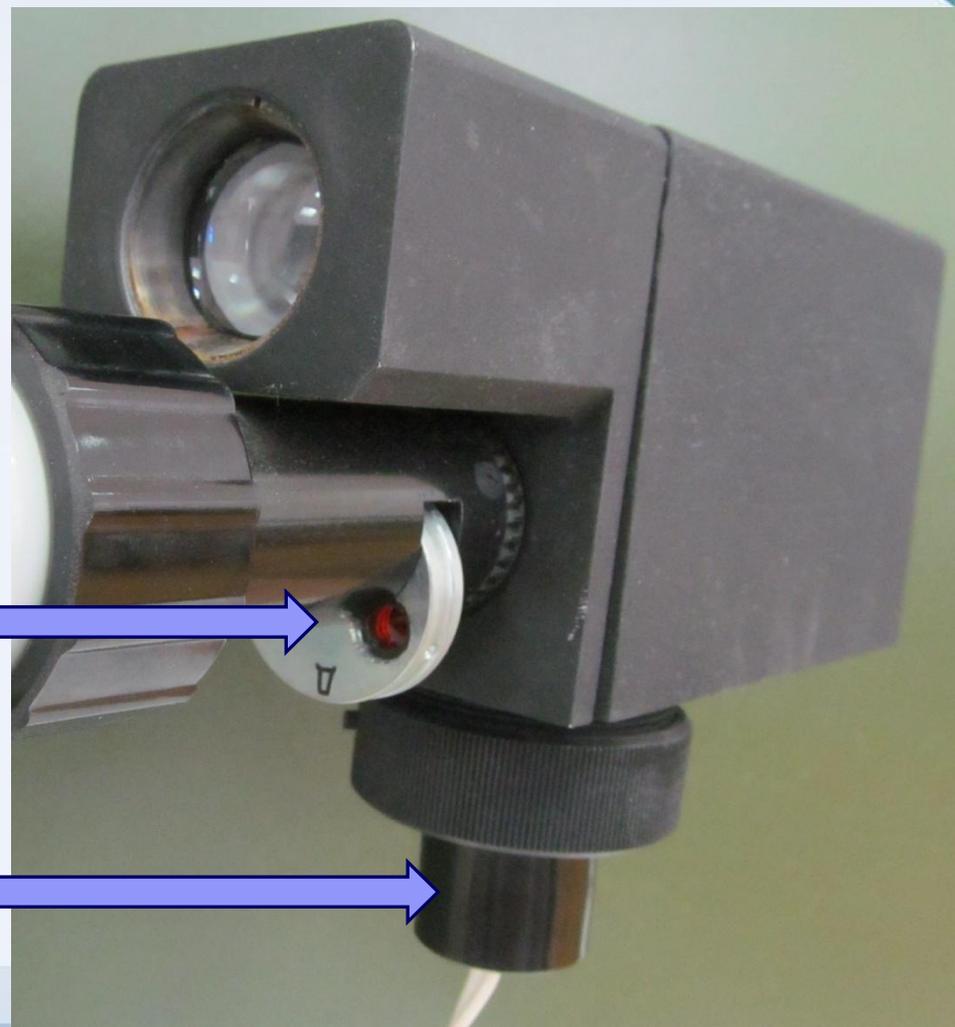
**кюветное
отделение**



Конструкция поляриметра СУ-5

узел светофильтров

осветительный узел



Конструкция поляриметра СУ-5



кнопка

ручка
резистора

Конструкция поляриметра СУ-5

Поляриметрическая кювета

Конструктивно кюветы представляют собой трубки стеклянные или латунные, закрываемые с обоих торцов покровными стеклами при помощи прокладок и гаек.



3. Конструкция портативного поляриметра

Конструкция портативного поляриметра



Конструкция портативного поляриметра



4. Порядок работы на поляриметре

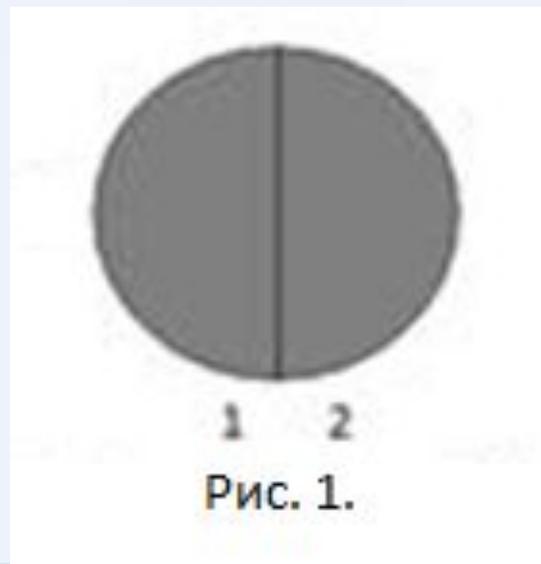
Подготовка поляриметра к работе

- Установите поляриметр на столе в затемненном помещении с окрашенными в темный цвет стенами для повышения чувствительности глаз
- Заземлите поляриметр
- Поверните ручку резистора до упора против часовой стрелки
- Включите поляриметр в сеть
- Включите кнопкой осветитель
- Установите обойму (узел светофильтров) в положение «С» (светофильтр) – при работе с бесцветными и слабоокрашенными растворами или в положение «Д» (диафрагма) – при работе с темноокрашенными растворами
- Установите вращением окуляра зрительной трубы максимальную резкость изображения вертикальной линии раздела полей сравнения
- Установите ручкой резистора такую яркость поля, которая наименее утомляет зрение и при которой наиболее четко воспринимается разница в яркости полей сравнения, если сместить нониус (верхняя шкала) на одно деление с его нулевого положения.

Порядок работы

Установку нуля производят в следующем порядке:

- Закройте крышку кюветного отделения (при отсутствии кюветы в кюветном отделении)
- Уравняйте яркость полей сравнения вращением рукоятки клинового компенсатора (рисунок 1).



- Совместите нулевое деление нониуса (верхняя шкала) с нулевым делением нижней шкалы (рисунок 2), перемещая нониус (верхнюю шкалу)
- Проверьте правильность установки нуля не менее шести раз, поворачивая рукоятку клинового компенсатора против и по часовой стрелке.



Подготовка кювет к работе

Перед использованием кюветы промывают, протирают комком неплотной фильтровальной бумаги, который проталкивают деревянным шомполом, а затем просушивают их.

Перед наполнением исследуемым раствором промывают кюветы этим раствором 2-3 раза.



Подготовка кювет к работе

Поляриметрическую кювету наполняют исследуемым раствором через воронку

Наливают раствор медленно, чтобы избежать образования воздушных пузырьков, которые могут затруднить проведение измерений



Подготовка кювет к работе

Наливают столько жидкости, чтобы она выступила поверх краев трубки



Подготовка кювет к работе

Закрывают кювету сверху предварительно вымытым и вытертым насухо стеклом

Для того, чтобы под стеклом не оставалось воздушного пузырька, ставят стекло быстро, надвигая его на торец трубки и при этом как бы срезая выступившую жидкость

Закручивают гайку



Проведение измерений

Помещают кювету с анализируемым раствором в кюветное отделение

Устанавливают её, вращая вокруг оси, в такое положение, чтобы линия раздела полей сравнения делила поле зрения на две равные части



Проведение измерений

Снова уравнивают яркость полей сравнения и производят отчет по шкале и нониусу (рисунок 3)

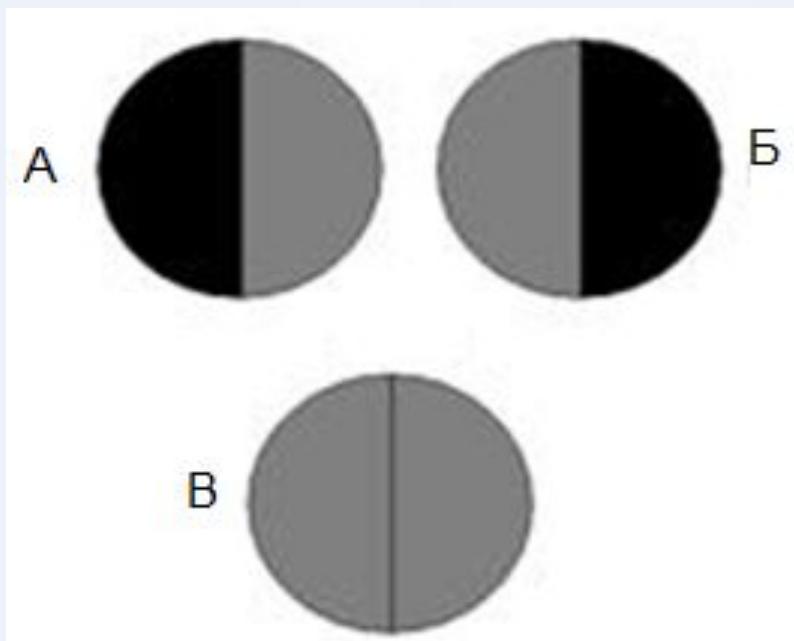


Рисунок 3. Принцип отсчета:
А, Б – возможные изображения яркостей полей сравнения при помещении кюветы с анализируемым раствором в кюветное отделение;
В – уравнивание яркости полей сравнения вращением рукоятки клинового компенсатора (призмы анализатора приведены в положение, при котором оба поля зрения имеют равное освещение).

Проведение измерений

Данные операции производят не менее 6 раз вращением рукоятки клинового компенсатора против и по часовой стрелке.

Вычисляют среднеарифметическое 6 отсчетов, которое равно углу вращения плоскости поляризации раствора.

Проведение измерений (поляриметр СУ-5)

Производят
отчет по
шкале и
нониусу с
точностью
 $0,05^\circ\text{S}$



Проведение измерений (портативный поляриметр)

Производят
отчет по
шкале и
нониусу с
точностью
 $0,05^\circ\text{S}$



Проведение измерений

Отсчет показаний при помощи нониуса:

На рисунке 2а показано положение нониуса (верхней шкалы) и нижней шкалы, соответствующее отсчету « $+11,85^{\circ}\text{S}$ » (нуль нониуса (верхней шкалы) расположен правее нуля нижней шкалы на 11 полных делений и в правой части нониуса с одним из делений нижней шкалы совмещается его семнадцатое деление).

На рисунке 2б показано положение нижней шкалы и нониуса (верхней шкалы), соответствующее отсчету « $-3,25^{\circ}\text{S}$ » (нуль нониуса (верхней шкалы) расположен левее нуля нижней шкалы на 3 полных деления и в левой части нониуса с одним из делений нижней шкалы совмещается его пятое деление).

Отсчет показаний при помощи нониуса:

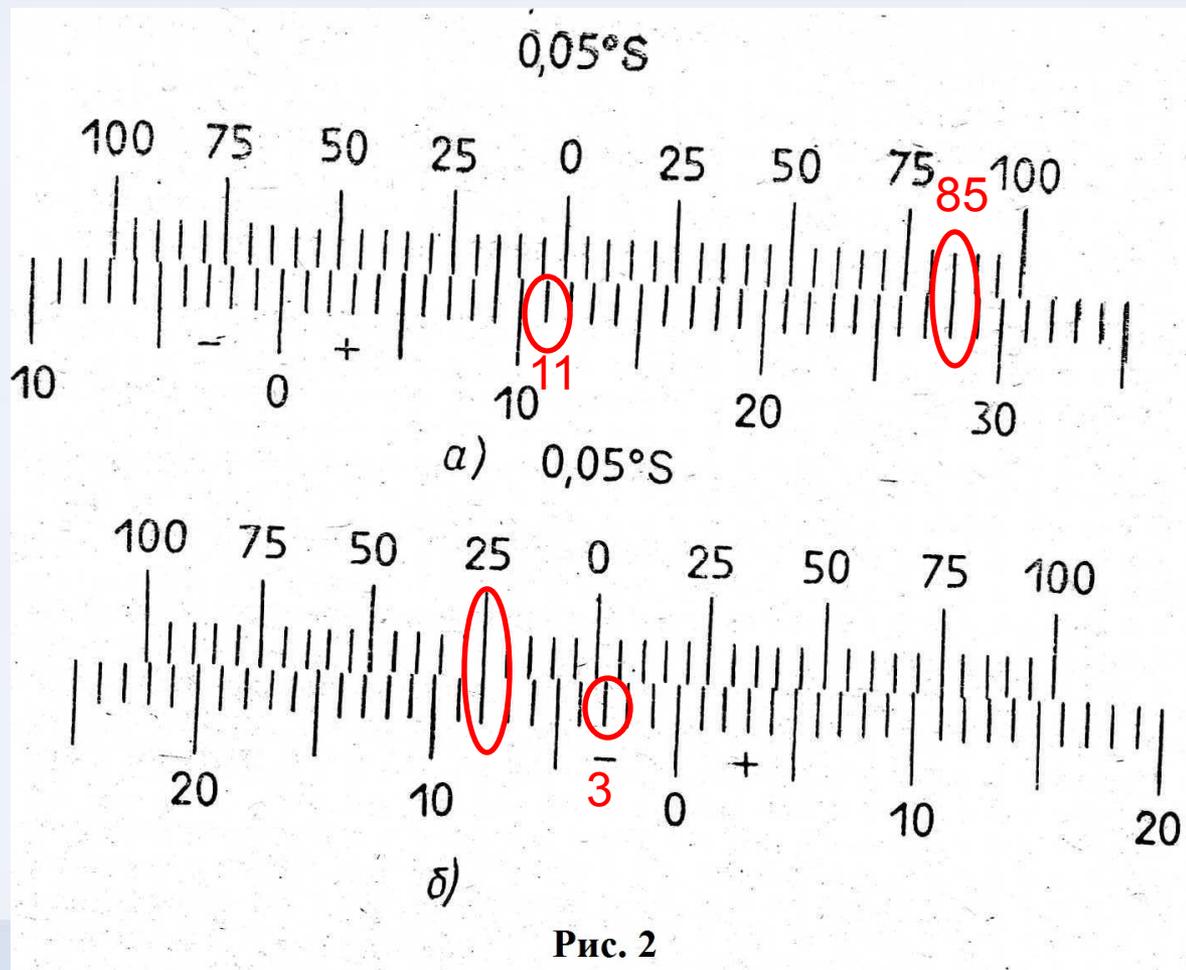


Рис. 2

После окончания работы (поляриметр СУ-5)

- Поверните ручку резистора до упора против часовой стрелки
- Выключите кнопку
- Очистите кюветное отделение от остатков исследуемых растворов
- Промойте с помощью деревянной палочки с намотанным на нее тонким слоем гигроскопической ваты, смоченной спиртом, защитные стекла кюветного отделения
- Протрите защитные стекла сухой ватой, намотанной на палочку, соблюдая осторожность, чтобы не поцарапать их поверхности
- Протрите мягкой неворсистой салфеткой наружные поверхности поляриметра.

Список литературы:

1. Беликов, В.Г. Фармацевтическая химия / 4-е изд., перераб. и доп. – М., МЕДпрессинформ", 2008. – 613 с.
2. Государственная фармакопея Российской Федерации [Текст]. – 12-е изд. – М.: Науч. центр экспертизы средств мед. применения, 2007. – Ч. 1. – 696 с.
3. Практическое руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии для студентов III курса / Т.И. Ярыгина, О.Л. Визгунова, В.А. Дубовик и др. / под ред. Л.М. Коркодиновой – Пермь, 2011. – 102 с.
4. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учеб. пособие / Э.Н. Аксенова, О.П. Андрианова, А.П. Арзамасцев и др. / под. ред. А.П. Арзамасцева. – 3-е изд., перераб. и доп. – М., Медицина, 2001. – 384 с. : ил.1.