

Поляриметрия

ПЛАН

1. Что называют поляризованным светом, плоскостью поляризации?
2. Оптически активные вещества, природа оптической активности. Примеры оптически активных веществ.
3. Направление вращения плоскости поляризации, угол вращения, зависимость его от различных факторов.
4. Удельное вращение плоскости поляризации, расчет $[\alpha]_D^{20}$ для жидких веществ и растворов.
5. Сущность поляриметрического метода анализа и его возможности.
6. Приборы для измерения угла вращения плоскости поляризации. Их принципиальная схема и назначение основных элементов.
7. Применение поляриметрического метода анализа в качественном и количественном анализе, значение в фармацевтическом анализе.

Поляриметрия

В основе поляриметрического метода анализа лежит измерение угла вращения плоскости поляризации поляризованного света, прошедшего через оптически активную среду.

У неполяризованного светового луча колебания происходят во всех плоскостях, перпендикулярных к направлению его распространения. Луч, колебания которого происходят только в одной плоскости, называется **поляризованным**; плоскость, в которой он колеблется, называется **плоскостью колебания поляризованного луча света**, плоскость, перпендикулярная к ней, - **плоскостью его поляризации**.

Поляриметрия

Вещества, способные вращать плоскость поляризации поляризованного света, называют **оптически активными веществами**. Оптическая активность может быть связана с двумя факторами: особенностями кристаллической решетки веществ и особенностями строения молекул.

Оптическая активность, обусловленная особенностями кристаллической решетки (натрия хлорат, кальция фторид и др.), теряется при ее разрушении (растворении, плавлении). Оптическую активность, обусловленную особенностями строения молекул, проявляют вещества только в растворенном или газообразном состоянии. Это, в основном, органические соединения, в молекулах которых имеется **центр хиральности**.

Поляриметрия

В зависимости от природы вещества вращение плоскости поляризации может иметь различное направление и величину. При этом, если от наблюдателя, к которому направлен свет, проходящий через оптически активное вещество, плоскость поляризации вращается вправо (по часовой стрелке), то вещество называют *правовращающим* и перед его названием ставят индекс d или знак «+». Если вращение плоскости поляризации происходит влево (против часовой стрелки), то вещество называется левовращающим и перед его названием ставят индекс l или знак «-».

Поляриметрия

Отклонение плоскости поляризации от начального положения, выраженное в угловых градусах, называют углом вращения и обозначают греческой буквой α . Его величина зависит от природы вещества, концентрации раствора, толщины слоя, длины волны света и температуры.

Оптическую активность вещества характеризуют величиной **удельного вращения**, которую определяют расчетным путем как угол вращения плоскости поляризации при прохождении поляризованного света через слой раствора толщиной в 1 дм, с концентрацией 1 г/см³.

Поляриметрия

Величина *удельного вращения* зависит от природы вещества, концентрации раствора, длины волны поляризованного света и температуры, поэтому ее измерение должно проводиться при определенных значениях длины волны и температуры. Определение стандартного удельного вращения проводят при температуре 20°C и длине волны линии D спектра натрия ($\lambda = 589,3$ нм) и обозначают $[\alpha]^{20}_D$.

Значение $[\alpha]^{20}_D$ является постоянным для каждого оптически активного вещества и приводится в справочной литературе. Величину удельного вращения для жидких веществ рассчитывают по формуле:

Поляриметрия

Величину удельного вращения для жидких веществ рассчитывают по формуле:

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

где α - угол вращения, град;

l – толщина слоя, дм;

ρ – плотность, кг/дм³.

Поляриметрия

Для растворов величина удельного вращения зависит от природы растворителя и концентрации оптически активного вещества. Ее рассчитывают по формуле:

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

где α - угол вращения, град;

l – толщина слоя, дм;

C – концентрация раствора, г/100 см³.

Поляриметрия

Величины ($[\alpha]^{20}_D$, α) используют:

- в качественном анализе для идентификации оптически активных веществ. Измеряют α и по уравнению

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

рассчитывают $[\alpha]^{20}_D$. Используя табличные данные величин $[\alpha]^{20}_D$, определяют природу исследуемого вещества. В случае исследования растворов оптически активных веществ расчеты величин $[\alpha]^{20}_D$ проводят по формуле:

Поляриметрия

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

• в количественном анализе для определения концентрации оптически активных веществ в растворе. Для этого измеряют угол вращения раствора α и рассчитывают его концентрацию по формуле:

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

или по градуировочному графику.

Поляриметрия

Аппаратура

Для измерения угла вращения α используют приборы – поляриметры.

Важнейшими частями поляриметра являются поляризатор и анализатор. Они представляют собой призмы Николя (изготовлены из исландского шпата).

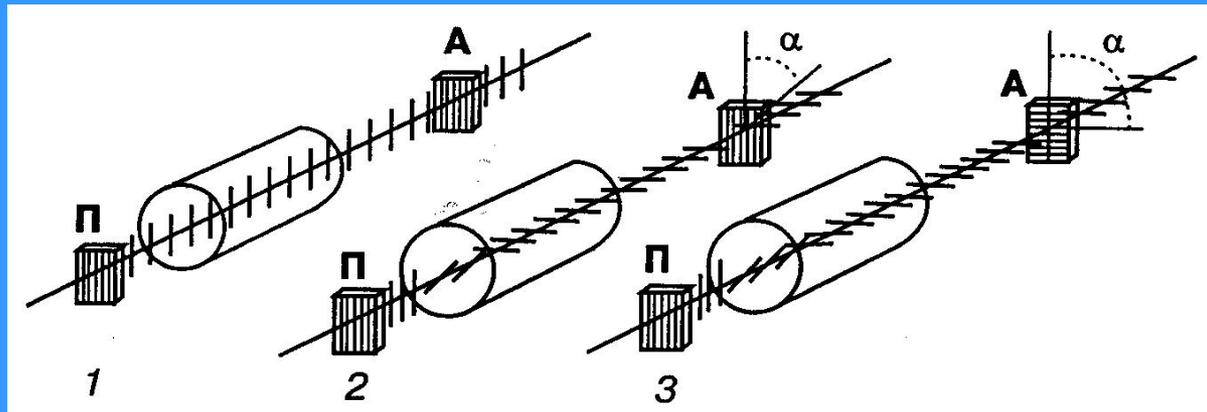


Схема определения оптической активности.

Поляриметрия

Аппаратура

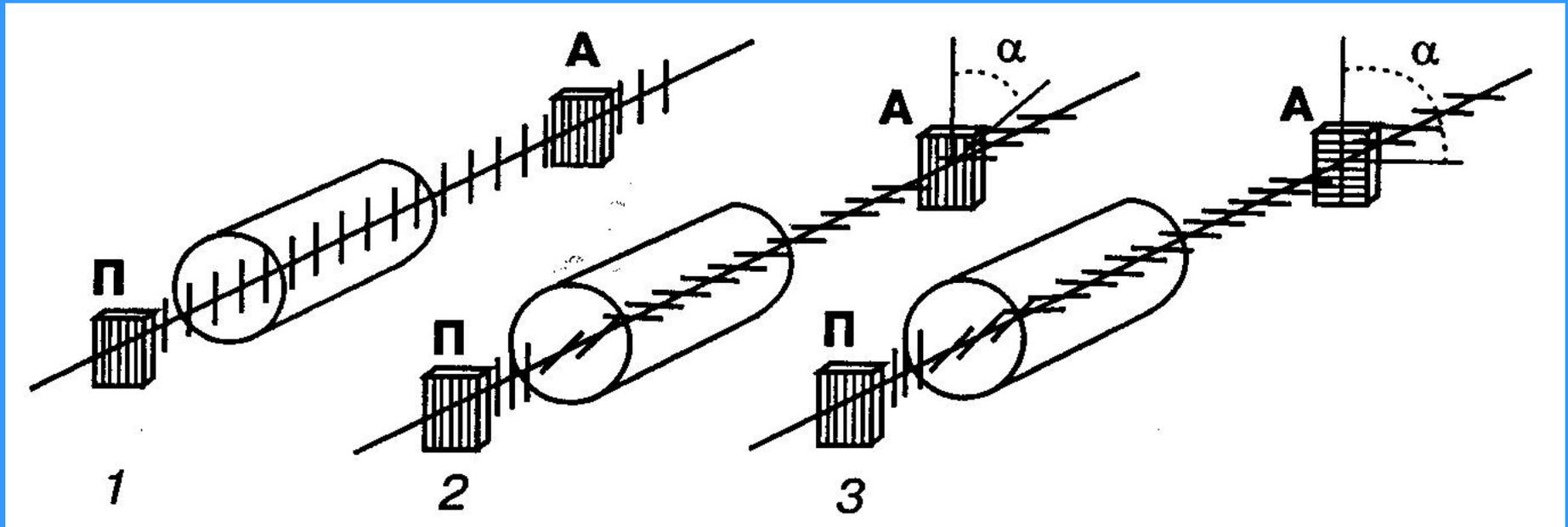


Схема определения оптической активности:

1 – вещество оптически неактивно;

2 – вещество оптически активно;

3 – прохождение поляризованного света через анализатор; **П** – поляризатор; **А** – анализатор.

Поляриметрия

Аппаратура

П – ***поляризатор*** – неподвижно закрепленная призма Николя (превращает неполяризованный свет в поляризованный). ***А*** – ***анализатор*** – подвижная призма Николя, которую можно вращать и угол вращения отсчитывать по шкале.

При нулевом положении анализатора оси кристаллов обеих призм строго параллельны, поэтому свет, поляризуемый поляризатором, свободно проходит через анализатор. Между поляризатором и анализатором помещают кювету с исследуемым веществом или раствором.

Поляриметрия

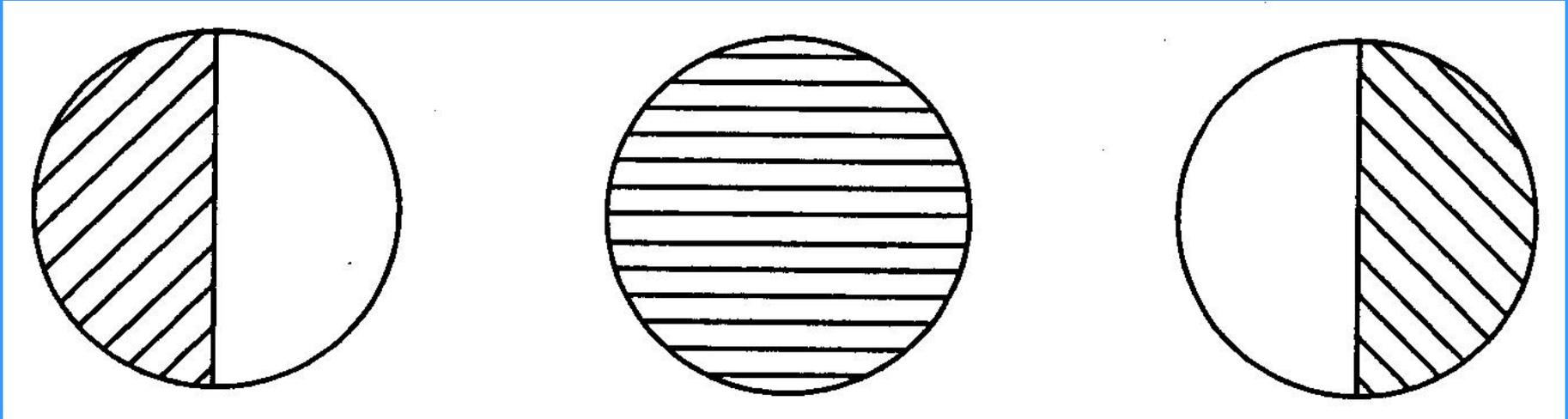
Аппаратура

Если жидкость оптически неактивна, то поляризованный луч проходит через нее без изменения плоскости поляризации, и анализатор остается в нулевом положении (наблюдают равномерно освещенное поле зрения). В случае оптически активных веществ происходит вращение плоскости поляризации поляризованного света на определенный угол, и часть наблюдаемого поля зрения затемняется. Для определения этого угла необходимо повернуть анализатор так, чтобы поле зрения было равномерно освещенным.

Поляриметрия

Аппаратура

По шкале прибора отсчитывают угол вращения α и его знак (+ или -).



Поле зрения в окуляре поляриметра

Поляриметрия

Методика поляриметрических измерений

Устанавливают нулевое положение прибора. Для этого заполняют кювету поляриметра растворителем следующим образом: отвинчивают колпачок, тщательно ополаскивают кювету растворителем и заполняют ее растворителем до верхнего края.

Продвижением сбоку накладывают защитное стекло и завинчивают колпачок. В заполненной кювете не должно быть пузырьков воздуха. Помещают кювету в трубку поляриметра, добиваются с помощью анализатора одинаковой освещенности поля зрения и отсчитывают угол вращения α_0 , который должен быть близким к нулю.

Поляриметрия

Методика поляриметрических измерений

Выполняют измерение несколько раз и находят среднее значение α_0 .

Кювету тщательно ополаскивают исследуемым раствором и заполняют таким же раствором. Измеряют не менее трех раз угол вращения раствора, как описано выше. Его величина равна $\alpha - \alpha_0$.

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Поляриметр, известный как измеритель оптического вращения, является инструментом для измерения оптического вращения "оптически активных" веществ, таких как сахароза, аскорбиновая кислота и глутамат натрия.

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Диапазон измерений:

Угол вращения от $+180^\circ$ до -179.95°

Международная стандартная "сахарная" шкала
от $+130^\circ Z$ до $-130^\circ Z$

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Минимальное значение:

Угол вращения 0.05°

Международная стандартная "сахарная" шкала $0.1^\circ Z$

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Точность измерений:
Угол вращения $\pm 0.10^\circ$

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



**Рабочий диапазон температур:
от 5 до 40°C**

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Источник света: светодиод с интерференционным фильтром (589 нм)

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Органы управления:

R(+)=правое вращение

L(-)=левое вращение

temp=Shift/Temp переключение вращение анализатора медленно вправо (в медленном режиме); вращение анализатора медленно влево (в медленном режиме); нажим этого выключателя одновременно с (+) или (-) приводят к более быстрому вращению

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Органы управления:

* когда этот переключатель нажат 2 с или более, на дисплее показывается температура камеры с образцом (до тех пор, пока переключатель нажат)

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Пробирки для образцов:

200мм и 100мм - по 1 каждого вида

Поляриметрия

Поляриметр POLAX-2L



Источник питания:

АС от 100 до 240В, 50/60Гц

Потребляемая мощность 40 ВА

Размер и вес 43x22x30см, 11.5кг

Поляриметрия

Автоматический анализатор глюкозы Эксан-ГМ



Автоматический анализатор глюкозы ЕКСАН-Гм предназначен для измерения концентрации глюкозы в крови, сыворотке (плазме) и других биологических жидкостях без специальной обработки пробы.

Поляриметрия

Автоматический анализатор глюкозы Эксан-ГМ



Анализатор работает с 50 мл дозатором имеющим синхродатчик, который обеспечивает автоматический цикл измерения.

Поляриметрия

Автоматический анализатор глюкозы Эксан-ГМ



Для работы с анализатором нужны следующие эксплуатационные материалы:

1. Глюкозооксидазная мембрана MG-1
ТУ 2031227-03-93

Поляриметрия

Автоматический анализатор глюкозы Эксан-ГМ



2. 10 ммоль калибровочный раствор глюкозы
ТУ 2031227-11-95
3. Сухой фосфатный буфер 0,01 М рН $7,3 \pm 0,1$
ТУ 2031227-01-94

Поляриметрия

Автоматический анализатор глюкозы Эксан-ГМ



Автоматический цикл измерения и калибровки; контроль правильности забора пробы; автоматическое изменение длительности промывки, зависящей от концентрации глюкозы.

Поляриметрия

Автоматический анализатор глюкозы Эксан-ГМ



Диапазон измерения концентрации глюкозы 2-30 ммоль/л

Производительность до 60 анализов в час

Объем пробы 50 мкл