

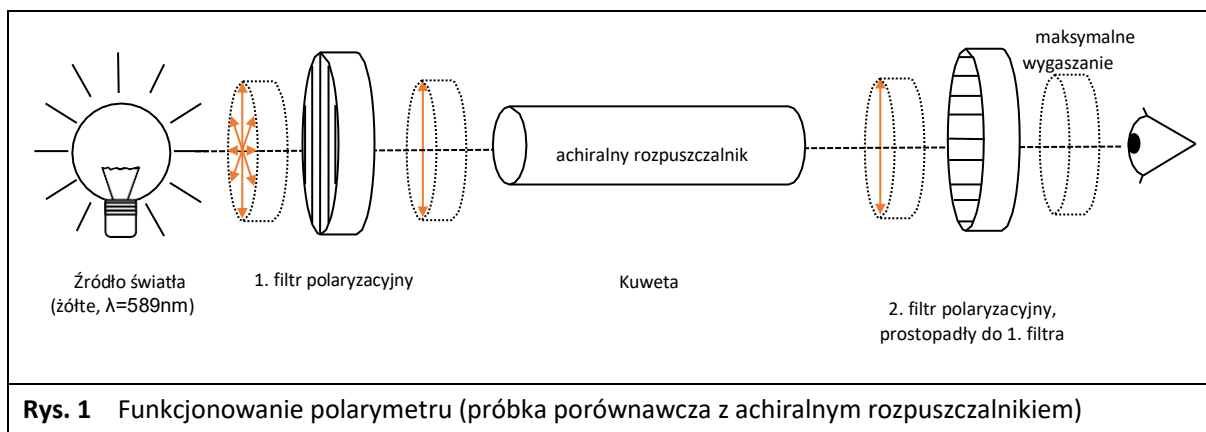
Polarymetria

1. Część teoretyczna

Polarymetria to metoda eksperymentalnego określania aktywności optycznej związku chemicznego. Za pomocą **polarymetru** można zmierzyć, o jaki kąt i w jakim kierunku obraca się płaszczyzna liniowo spolaryzowanego światła.

W polarymetrze **pierwszy filtr polaryzacyjny (polaryzator)** przekształca żółte światło emitowane przez źródło światła, które początkowo zawiera wszystkie możliwe płaszczyzny drgań, w **liniowo spolaryzowane światło**, w którym drga jedynie jedna płaszczyzna wektora pola elektromagnetycznego.

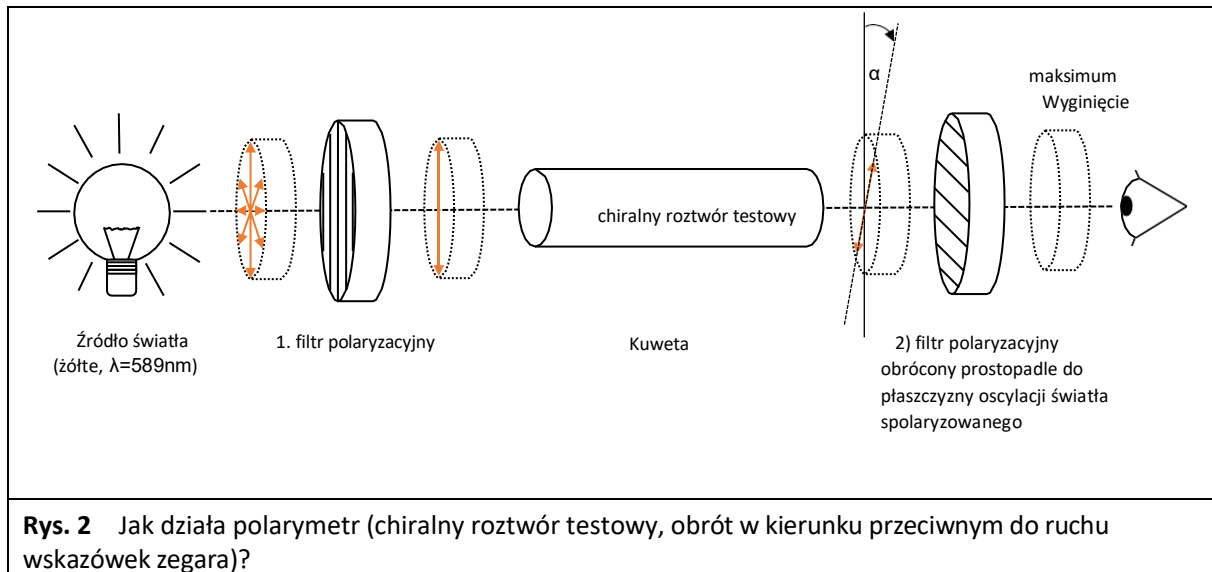
Jeśli użyte jest **achiralne rozpuszczalnik** bez dodatkowych składników, maksymalne wygaszenie światła następuje wtedy, gdy oba filtry polaryzacyjne są ustawione względem siebie pod kątem prostym (patrz **rys. 1**).



Rys. 1 Funkcjonowanie polarymetru (próbka porównawcza z achiralnym rozpuszczalnikiem)


Chiralny roztwór badawczy znajdujący się w kuwettce obraca płaszczyznę liniowo spolaryzowanego światła o kąt α . Aby w analizatorze nastąpiło maksymalne wygaszenie światła (ekstynkcja), musi on zostać również obrócony o kąt α w porównaniu do achiralnego rozpuszczalnika.

Jeśli obrót następuje w lewo (czyli przeciwnie do ruchu wskazówek zegara), wartość kąta obrotu otrzymuje znak **ujemny** (patrz **rys. 2**).



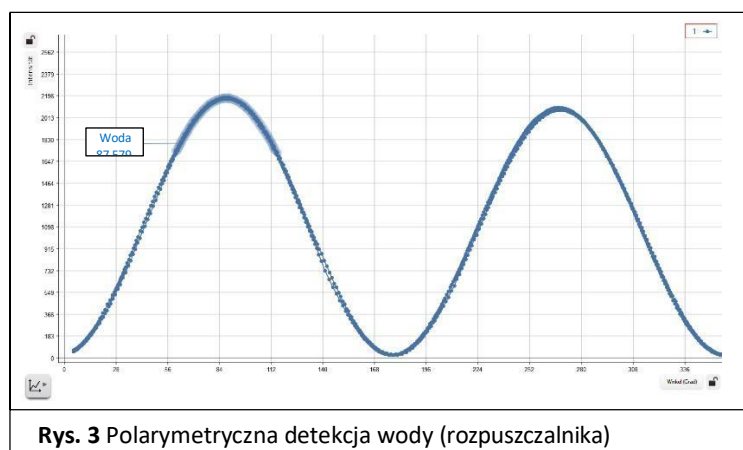
Do określenia kąta obrotu za pomocą [polarymetru PASCO](#) można użyć zarówno oprogramowania **SPARKvue**, jak i **Capstone**. W poniższym przykładzie wykorzystano SPARKvue, a jako rozpuszczalnika użyto wody.

W przeciwieństwie do tradycyjnych polarymetrów szkolnych, w których punkt maksymalnego wygaszenia światła ustawia się ręcznie poprzez wizualne oszacowanie, polarymetr PASCO działa w sposób zautomatyzowany. Czujnik światła precyzyjnie mierzy intensywność światła przechodzącego przez analizator, co eliminuje subiektywne błędy i zapewnia większą dokładność pomiarów.

Ponieważ zarówno obrót analizatora, jak i natężenie światła są rejestrowane w sposób ciągły przez urządzenie po rozpoczęciu pomiaru (po naciśnięciu przycisku odtwarzania ) , wynikiem pomiaru jest wykres z maksimami i minimami.

Maksimum na wykresie wskazuje punkt, w którym światło przechodzi przez filtr polaryzacyjny bez przeszkód.

Minimum to punkt, w którym światło jest najsilniej wygaszane przez filtr polaryzacyjny. (patrz **rys. 3**).



Maksymalne wygaszenie światła w przypadku wody jako rozpuszczalnika nie występuje dokładnie przy

kącie 0°. W eksperymencie kąt rotacji chiralnego roztworu testowego jest określany poprzez porównanie położenia maksimum tego roztworu z sąsiednim maksimum krzywej dla wody.

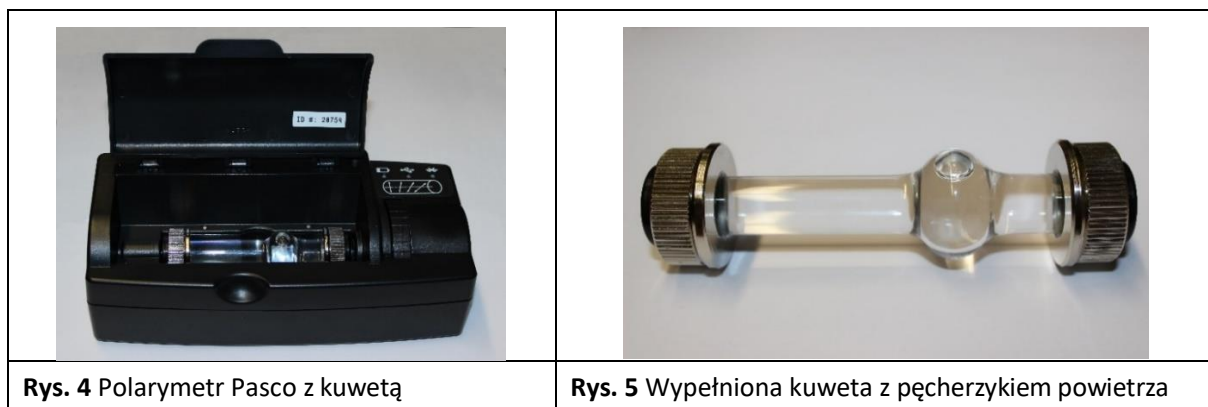
2. EEksperymenty z polarimetria

2.1 Określanie kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji sacharozy




Użyte substancje chemiczne: Sacharoza i woda destylowana (brak substancji niebezpiecznych zgodnie z klasyfikacją GHS).

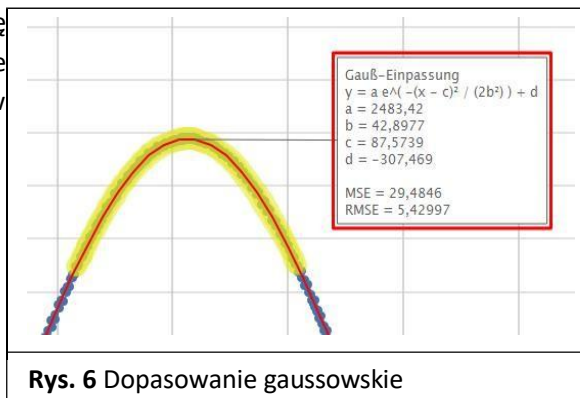
W kolejnych krokach opisano najpierw sposób określenia krzywej dla wody (punkty 1-3), a następnie krzywej dla roztworu sacharozy (punkty 4-7):

1. Najpierw należy napełnić kuetę wodą destylowaną. Pojemność kuetki wynosi około 12 ml. Podczas napełniania należy zawsze upewnić się, że pęcherzyk powietrza został wepchnięty do przewidzianego wgłębienia, tak aby ścieżka wiązki nie była zablokowana (patrz **rys. 5**). Pomiar rozpoczyna się po wybraniu przycisku Play.



2. Określenie natężenia światła docierającego do czujnika. Pomiar natężenia światła przechodzącego przez analizator dokonuje się poprzez jego obrót. Zaleca się obrót analizatora w jednym kierunku, a następnie powrót, co pozwala na zminimalizowanie błędów pomiarowych i uzyskanie uśrednionego wyniku.

- 2.1 Zaznacz w menu obszar krzywej zawierający maksimum, wybierając symbol krzywej (), a następnie narzędzie zaznaczania (). Teraz przeciągnij myszą (komputer bez ekranu dotykowego) lub palcem (komputer z ekranem dotykowym) po odcinku krzywej zawierającym maksimum i zakończ proces, symbol  .



Rys. 6 Dopasowanie gaussowskie

- 2.2 Wybierz dopasowanie krzywej () i wybierz dopasowanie gaussowskie ().

Maksimum krzywej jest teraz podane jako wartość c (tutaj w przykładzie: 87,5793°), patrz **rys. 6**.

2.3 Krzywą można również za pomocą funkcji tekstowej (**T**),

np. Maximum(water)= 87.5793°.

3. Zakończ pomiar, wybierając przycisk odtwarzania (**▶**).

4. Przygotowanie chiralnego roztworu testowego:

W tym celu 5 g sacharozy rozpuszcza się w 25 ml wody. Objętość zwiększa się do około 27,5 ml. Roztwór ten jest dodawany do kuwety. Ponownie upewnij się, że pęcherzyk powietrza jest prawidłowo ustawiony.

5. Włożyć napełnioną kuwetę do analizatora i rozpocząć drugi pomiar, naciskając ponownie przycisk odtwarzania (**▶**). Podobnie jak w punkcie drugim, analizator jest obracany tam i z powrotem jeden raz.

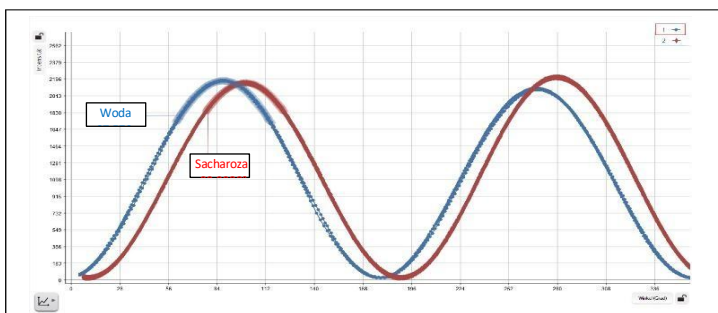


6. Określanie kąta ustawienia przy maksimum krzywej pomiaru sacharozy. Aby móc wybrać bieżącą krzywą, konieczne jest ukrycie innych krzywych. się to poprzez usunięcie zaznaczenia w polu w prawym górnym rogu (patrz rysunek po prawej stronie).

Następnie wykonaj poszczególne kroki jak w sekcji 3 przy maksimum bieżącego pomiaru (roztwór sacharozy).

W danym pomiarze maksimum krzywej przypadło na 99,9088°.

Na końcu można zaznaczyć pole dla pierwszej krzywej w wyborze, aby obie krzywe można było wyświetlić obok siebie (patrz **rys. 7**).



Rys. 7 Krzywe pomiarowe dla wody i sacharozy

Aby określić kąt obrotu, należy najpierw określić różnicę między dwoma kątami wody i roztworu sacharozy: $\alpha = 99,9088^\circ - 87,5793^\circ = 12,3295$

Znak jest tutaj dodatni, ponieważ kąt obrotu roztworu sacharozy jest większy niż wody. Wartość obrotu właściwego wynika z następujących obliczeń:

$$[\alpha] = \frac{\alpha(\text{wartość mierzona})}{\frac{l}{dm} \cdot \frac{c}{g/ml}}$$

α = Kąt obrotu

l = Długość komórki

c = Stężenie masowe roztworu enancjomeru



$$[\alpha] = \frac{12,3295^\circ}{\frac{1dm}{dm} \cdot \frac{5g/27.5ml}{g/ml}} = \frac{12,3295^\circ \cdot 27,5}{5} = 67,81225^\circ \approx 67,8^\circ$$

Wartość literaturowa: $[\alpha]_{389nm}^{25^\circ C} = +66,5^\circ$

¹ Encyclopaedia of Chemistry (Spektrum Verlag), <http://www.spektrum.de/lexikon/chemie/saccharose/8107> (dostęp: 28 maja 2016 r.).

2.2 Inwersja podczas hydrolizy sacharozy

Substancja chemiczna stosowana jako dodatek do 2.1:

Konkretny kwas solny (w=32%):  GHS05,  GHS07

H314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. H335 Może powodować podrażnienie dróg oddechowych. H290 Może działać żrąco na metale.

P280 Należy nosić rękawice ochronne/odzież ochronną/ochronę oczu/ochronę twarzy.

P303+P361+P353 W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): natychmiast zdjąć wszystkie zanieczyszczone ubrania, dokładnie opłukać skórę wodą lub wziąć prysznic.

P304+P340 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: W przypadku inhalacji: przenieść osobę na świeże powietrze oraz uspokoić ją, aby ułatwić oddychanie.

P305+P351+P338 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: W przypadku kontaktu z oczami: przez kilka minut delikatnie przepłukiwać wodą. Jeśli to możliwe, usunąć soczewki kontaktowe i kontynuować płukanie.

P310 Natychmiast wezwać centrum zatruc lub lekarza.

Środki ochronne wynikające z oceny ryzyka: ²

Okulary ochronne	Ręczne obuwie ochronne	Odliczenie	System zamknięty	Środki ochrony przeciwpożarowej	Środki wentylacji	Dalsze środki
X	X					

Utylizacja: Wylewka

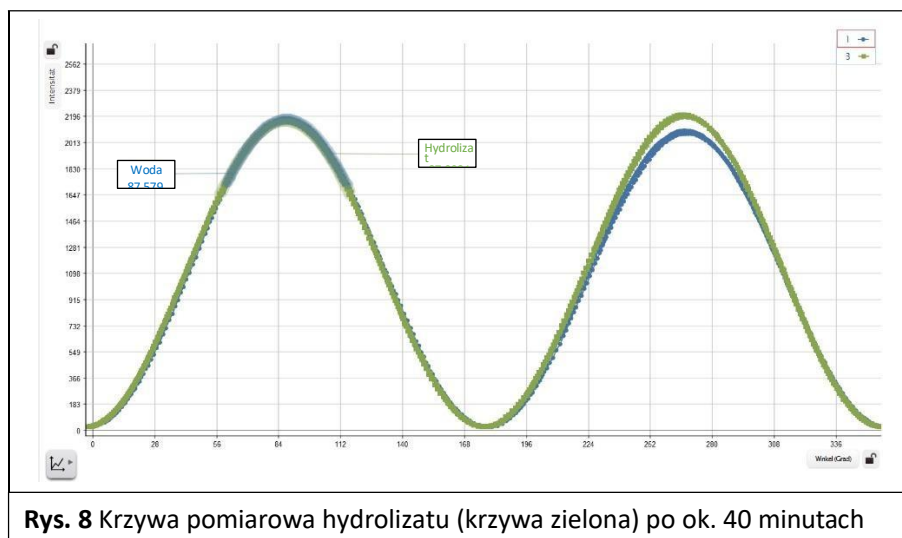
Wlać roztwór sacharozy zawarty w kuwecie z doświadczenia 2.1 do zlewki o pojemności 150 ml i dodać 0,5 ml stężonego kwasu chlorowodorowego (32%). Do mieszaniny dodać mieszało magnetyczne i ogrzewać przez ok. 30-45 minut w temperaturze ok. 50°C przy użyciu mieszała grzewczego.

Powstały hydrolizat jest dodawany do kuwety. Ponieważ podczas hydrolizy część wody jest tracona w wyniku parowania, kuwetę należy teraz napełnić do pierwotnego poziomu. Alternatywnie, objętość przed i po hydrolizie można określić w cylindrze pomiarowym i dodać utraconą wodę.

⁽²⁾ Ocena ryzyka została starannie przygotowana. Niemniej jednak nie ponosimy odpowiedzialności za jej treść, niezależnie od podstawy prawnej.

Kąt ustawienia dla danego hydrolitu jest teraz określany zgodnie z procedurą opisaną w punkcie 2.1.

Po około 40 minutach hydrolizy roztworu sacharozy można zaobserwować inwersję, tj. odwrócenie kąta obrotu (patrz **rys. 8**).



Rys. 8 Krzywa pomiarowa hydrolizatu (krzywa zielona) po ok. 40 minutach

Aby określić kąt obrotu, należy najpierw określić różnicę między dwoma kątami wody i hydrolizatu: $\alpha = 87,0081^\circ - 87,5793^\circ = -0,5712$

Znak jest tutaj ujemny, ponieważ kąt obrotu hydrolizatu jest mniejszy niż wody. Wartość obrotu właściwego wynika z następujących obliczeń:

$$[\alpha] = \frac{\alpha(\text{wartość mierzona})}{\frac{\beta \text{ g}}{\text{dm} \cdot \text{ml}}}$$

α = Kąt obrotu

l = Długość komórki

β = Stężenie masowe roztworu enancjomeru

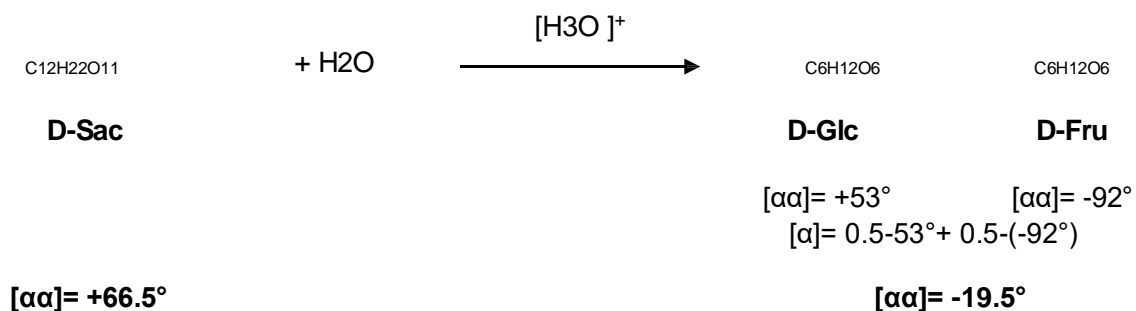
$$[\alpha] = \frac{-0,5712^\circ}{\frac{1 \text{ dm} \cdot 5 \text{ g} / 27,5 \text{ ml}}{\text{dm} \cdot \text{g} / \text{ml}}} = \frac{-0,5712^\circ \cdot 27,5}{5} = -3,1416 \approx -3,1^\circ$$

Wartość literaturowa: $^3 [\alpha]_{589\text{nm}}^{25^\circ \text{C}} = -20^\circ$

Różnicę w stosunku do wartości literaturowej można wyjaśnić faktem, że hydroliza nie została jeszcze zakończona po czasie hydrolizy wynoszącym 40 minut.

³ Textbook of Organic Chemistry, Beyer, Walter, wydanie 23, S. Hirzel Verlag, Stuttgart, Leipzig, 1998, str. 483.

Podczas hydrolizy sacharozy kąt obrotu zmienia się z powodu tworzenia glukozy i fruktozy:



Ponieważ D-fruktoza obraca płaszczyznę liniowo spolaryzowanego światła bardziej w lewo niż D-glukoza obraca ją w prawo, kąt obrotu zmienia znak. jako inwersja. Powstała w ten sposób równomolowa mieszanina D-glukozy i D-fruktozy nazywana jest cukrem inwertowanym.