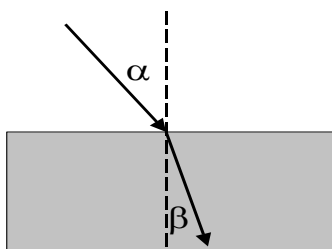


Тема «Физико-химические методы анализа»

Рефрактометрия

Рефрактометрический метод основан на эффекте *преломления света* (*рефракции*) при прохождении светового луча через границу раздела двух прозрачных сред. В фармацевтическом анализе этот метод применяется для идентификации лекарственных веществ, установления их чистоты и количественного анализа.

Рефрактометрический анализ заключается в измерении показателя преломления луча света в анализируемом веществе.



При пересечении границы раздела двух прозрачных однородных сред 1 и 2 (рис.6) направление луча света изменяется в соответствии с установленным еще в начале XVII в. законом преломления. Согласно этому закону, отношение синусов углов падения α и преломления β , равное отношению скорости распространения света V_1 и V_2 в двух соприкасающихся средах, есть величина постоянная: $n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$,

где n – относительный показатель (или коэффициент) преломления.

Показатель преломления – одно из основных физических свойств вещества: индивидуальное вещество, свободное от примесей, характеризуется определенным показателем преломления.

Показатель преломления зависит от ряда факторов:

- природы вещества;
- концентрации раствора;
- природы растворителя;
- температуры;
- длины волны света.

Показатель преломления обычно измеряют при 20⁰ С и длине волны 589,3 нм – линии D спектра натрия (n_D^{20}). Пределы измерения показателей преломления – 1.3-1.7.

При работе с растворами веществ сначала измеряют показатель преломления растворителя, который вычитают из показателя преломления раствора. Определение проводят при температуре 20⁰С и длине волны линии D спектра натрия 589,3 нм, и показатель преломления обозначают с индексами – n_D^{20} .

Ниже приведены показатели преломления наиболее часто применяемых растворителей:

- вода – 1.3330;
- метанол – 1.3286;
- этанол – 1.3613;
- ацетон – 1.3591;
- хлороформ – 1.4456.

Влияние температуры в рефрактометрии исключают, термостатируя призмные блоки, имеющие водные рубашки. При температурах, отличающихся от 20⁰С на 5-7⁰С можно не термостировать призмы рефрактометра, а при расчетах вводить поправку по формуле:

$$n_{20} = n_t - (20 - t) \cdot 0.0002,$$

где n_t – показатель преломления при температуре измерения;

n_{20} – показатель преломления при 20⁰С;

t – температура, при которой измеряют показатель преломления.

В этом случае исследуемый раствор, растворитель и рефрактометр должны находиться 30-40 минут в условиях одинаковой температуры.

Рефрактометрический метод в фармацевтическом анализе применяется для решения следующих задач:

- Установление подлинности (идентификация) лекарственных веществ.
- Определение концентраций лекарственных веществ в растворах.

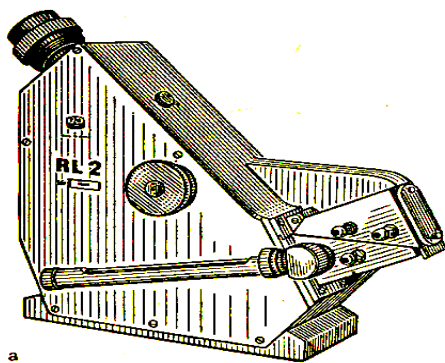


Рисунок 7 – Рефрактометр РЛ

Определение показателя преломления производят с помощью специального прибора, называемого рефрактометром. Для измерения показателей преломления растворов чаще всего применяют рефрактометры, которые работают на принципе измерения предельного угла преломления (угол

полного отражения света).

Главным узлом таких рефрактометров (рис. 8) является разъемный призмённый блок 3, состоящий из двух призм 4, 6, между которыми помещается слой анализируемой жидкости 5. Нижняя призма блока является осветительной. Ее поверхность, на которую наносится раствор, сделана матовой для улучшения рассеивания света. Луч света проходит через нижнюю призму, попадает в раствор и на границе между раствором и гранью призмы подвергается преломлению. Преломленный луч поступает в зрительную трубку, в которой находятся система линз и компенсатор дисперсии – призма Амичи 2, склеенная из трех призм разных сортов стекла и уничтожающая дисперсию луча света. По оптической оси зрительной трубы на линзу окуляра нанесено перекрестье 7, с ним совмещается граница света и тени (предельный луч). Совмещение оптической оси с предельным лучом производится либо поворотом призмы, либо поворотом зрительной трубы вокруг оси призмы, осуществляемым с помощью маховичка. С

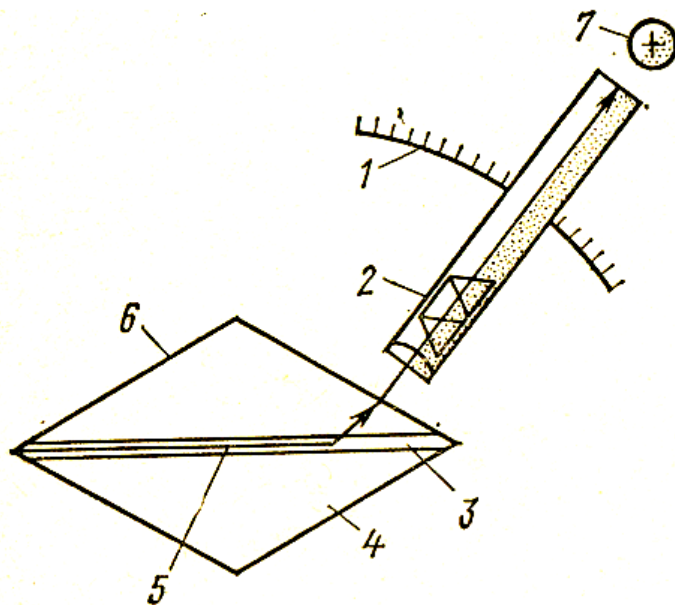


Рисунок 8 – Схема призмённого блока рефрактометра

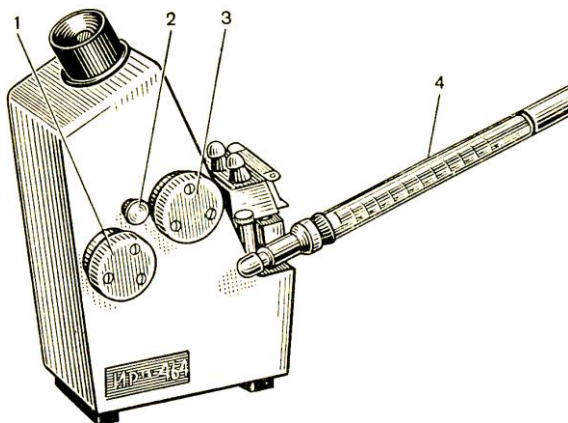
призмы подвергается преломлению. Преломленный луч поступает в зрительную трубку, в которой находятся система линз и компенсатор дисперсии – призма Амичи 2, склеенная из трех призм разных сортов стекла и уничтожающая дисперсию луча света. По оптической оси зрительной трубы на линзу окуляра нанесено перекрестье 7, с ним совмещается граница света и тени (предельный луч). Совмещение оптической оси с предельным лучом производится либо поворотом призмы, либо поворотом зрительной трубы вокруг оси призмы, осуществляемым с помощью маховичка. С

поворачиваемым блоком связано отсчетное устройство рефрактометра (шкала).

К рефрактометрам такой системы относятся рефрактометры РЛУ, ИРФ-22, РЛ.

Порядок работы с рефрактометром

1. До начала измерений проверяют чистоту осветительной и измерительной призм. При необходимости их протирают мягкой чистой салфеткой.
2. Устанавливают нулевую точку рефрактометра с помощью дистиллированной воды или юстировочной жидкости, т. е. жидкости с известным показателем преломления. Для этого на чистую полированную поверхность измерительной призмы осторожно, не касаясь призмы, наносят стеклянной палочкой или пипеткой 2-3 капли дистиллированной воды. Опускают осветительную призму. Поворотом зеркала добиваются наилучшей освещенности шкалы. Вращают маховики до получения резкого, четкого, бесцветного разграничения светлого и темного полей.



Проводят границу света и тени к точке пересечения линий и по шкале показателей преломления снимают отсчет. Показатель преломления дистиллированной воды при температуре 20°C равен 1.3330.

Рисунок 9 - Рефрактометр ИРФ-54
1, 3 - маховики; 2 - заглушка; 4 - термометр

Если получена другая величина, то необходимо настроить прибор. Для этого отвинчивают заглушку 2 и юстировочным ключом подкручивают головку винта так, чтобы граница света и тени оказалась на точке пересечения линий при значении показателя преломления 1.3330.

3. Измеряют показатель преломления исследуемой жидкости. Для этого приподнимают осветительную призму и поверхности призм осторожно протирают чистой мягкой салфеткой.

Затем наносят 2 капли исследуемой жидкости на плоскость измерительной призмы, опускают осветительную призму, прижимают призмы друг к другу. Вращают маховики 1, 3 до совпадения границы света и тени с точкой пересечения линий. По шкале производят отсчет показателя преломления исследуемого раствора.

Концентрацию раствора определяют одним из следующих способов:

- с помощью рефрактометрических таблиц, в которых приведены показатели преломления растворов с известной концентрацией.;
- по рефрактометрическому фактору

Концентрацию лекарственных веществ рассчитывают по формуле, используя табличные данные, в которых приведены факторы показателей преломления F с известной весо-объемной концентрацией:

$$C = \frac{n - n_0}{F},$$

где n – показатель преломления раствора;

n_0 – показатель преломления растворителя;

F – фактор, равный величине прироста показателя преломления при увеличении концентрации на 1%.

Меры предосторожности при рефрактометрических измерениях

Быстрее всего в приборе выходят из строя призмы, поэтому необходимо соблюдать следующие меры предосторожности при обращении с ними.

1. Перед определением показателя преломления призмы тщательно очищают от грязи и пыли.

2. Не измеряют показатели преломления кислот и щелочей, так как они разъедают поверхность призм.

3. После проведения измерений протирают поверхности призм чистой мягкой салфеткой, смоченной водой или спиртом, вытирают насухо и закладывают между призмами небольшую сухую чистую салфетку или вату.

4. Категорически запрещается:

- а) вращать винт, окрашенный красной краской;
- б) оставлять на продолжительное время между призмами исследуемую жидкость (особенно раствор кальция хлорида), так как поверхность призм после этого покрывается тонким матовым слоем и измерение показателя преломления становится невозможным.