

旋光度的测定



目 录

- 一、实验目的
- 二、基本原理
- 三、实验内容与步骤
- 四、思考题
- 五、附录



一、实验目的

1. 了解旋光仪测定旋光度的基本原理
2. 掌握用旋光仪测定溶液或液体物质的旋光度的方法

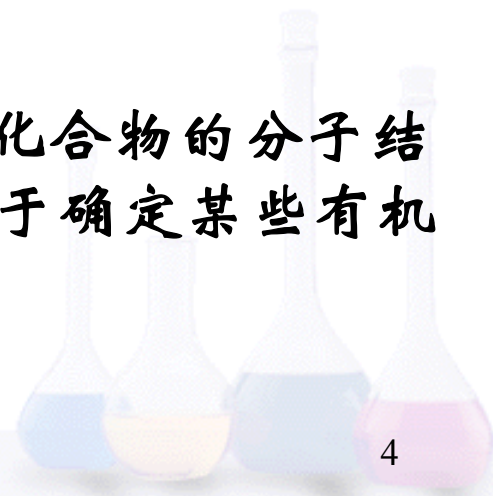


二、基本原理

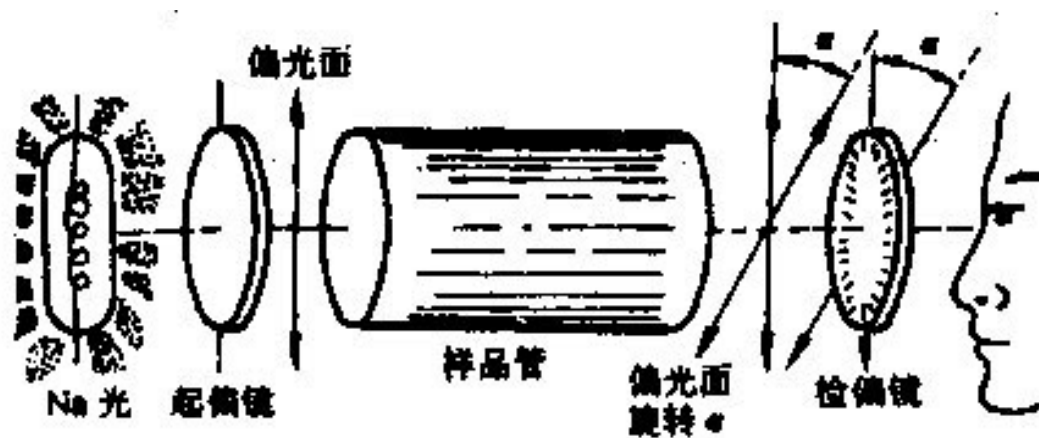
只在一个平面上振动的光叫做**平面偏振光**，简称偏振光。物质能使偏振光的振动平面旋转的性质，称为旋光性或光学活性。具有旋光性的物质，叫做旋光性物质或光学活性物质。旋光性物质使偏振光的振动平面旋转的角度叫做**旋光度**。

许多有机化合物，尤其是来自生物体内的大部分天然产物，如氨基酸、生物碱和碳水化合物等，都具有旋光性。这是由于它们的分子结构具有手征性所造成的。

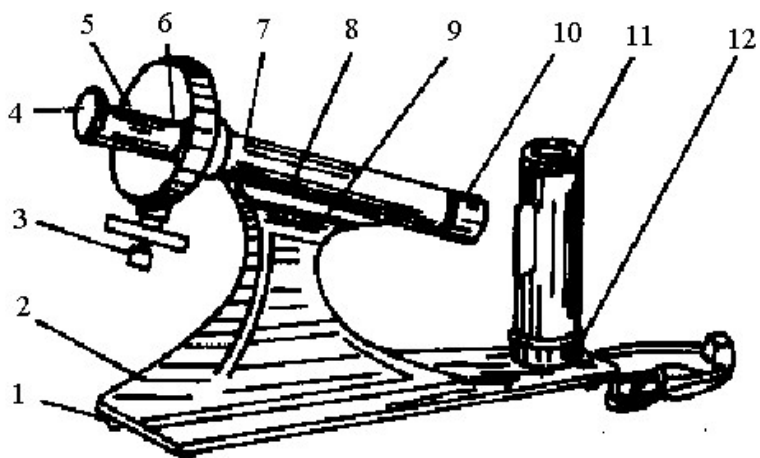
因此，旋光度的测定对于研究这些有机化合物的分子结构具有重要的作用，此外，旋光度的测定对于确定某些有机反应的反应机理也是很有意义的。



测定溶液或液体的旋光度的仪器称为**旋光仪**，其工作原理见下图。常用的旋光仪主要由光源、起偏镜、样品管(也叫旋光管)和检偏镜几部分组成。



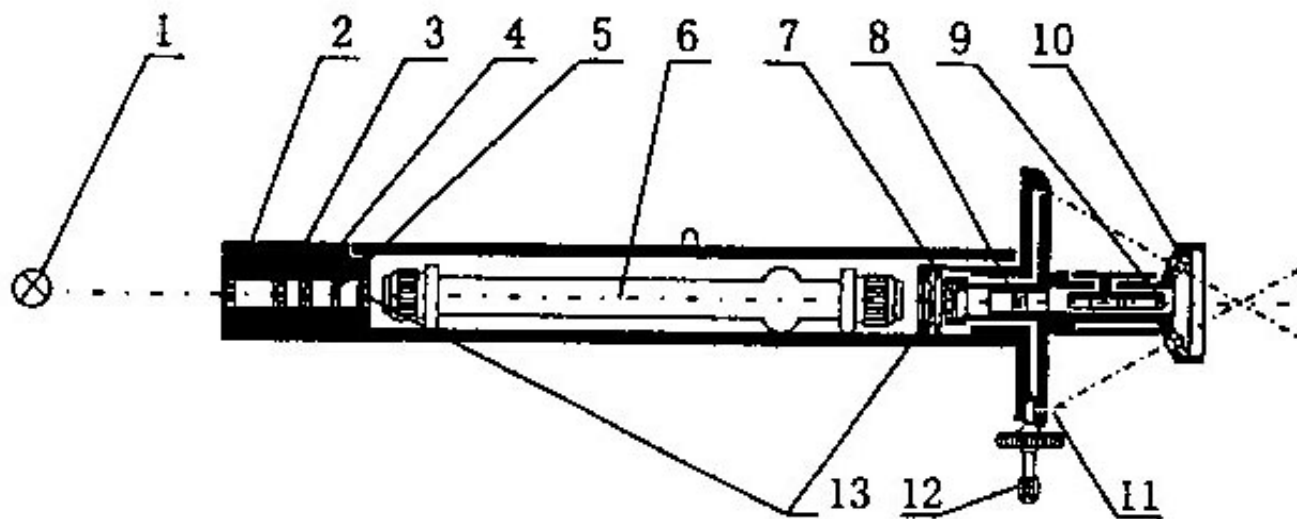
这是实验室中较为常见的**WXG-4型圆盘旋光仪**



- 1底座 2电源开关 3度盘转动手轮 4放大镜座
5视度调节螺丝 6度盘游标 7镜筒 8镜筒盖
9镜盖手柄 10镜盖连接圈 11灯罩 12灯座



WXG-4型圆盘旋光仪的**光学系统结构**见下图。

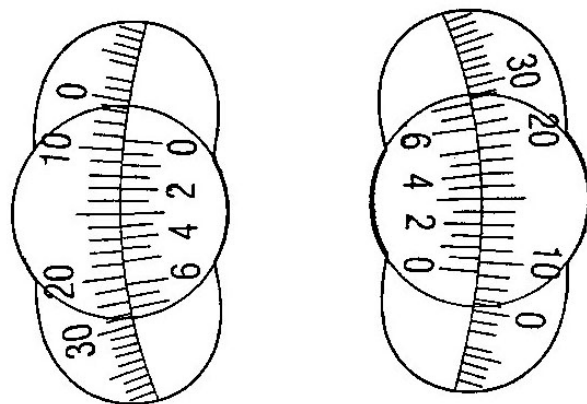


- | | | | |
|-----------|--------|---------|-------|
| 1.光源 (钠光) | 2.聚光镜 | 3.滤色镜 | 4.起偏镜 |
| 5.半波片 | 6.试管 | 7.检偏镜 | 8.物镜 |
| 9.目镜 | 10.放大镜 | 11.度盘游标 | |
| 12.度盘转动手轮 | 13.保护片 | | |



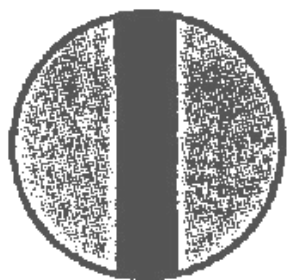
从光源(1)发出的自然光通过起偏镜(4), 变为在单一方向上振动的平面偏振光。当此平面偏振光通过盛有旋光性的样品(6)时, 振动方向旋转一定角度。此时调节附有刻度盘的检偏镜(7), 使大量的光线通过, 检偏镜所旋转的度数即为实测的旋光度 α , 其数值可以通过放大镜从**刻度盘**上读出。



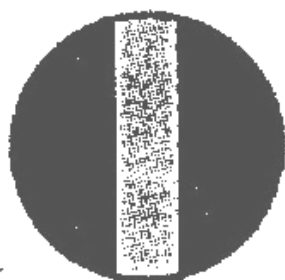


WXG-4型圆盘旋光仪采用双游标卡尺**读数**，以消除度盘偏心差。度盘分360格，每格 1° ，游标卡尺分20格，等于度盘19格，用游标直接读数到 0.05° 。如上图所示，游标0刻度指在度盘9与10格之间，且游标第6格与度盘某一格完全对齐，故其读数为 $\alpha = +(9.00^\circ + 0.05^\circ \times 6) = 9.30^\circ$ 。仪器游标窗前方装有两块4倍的放大镜，供读数时用。

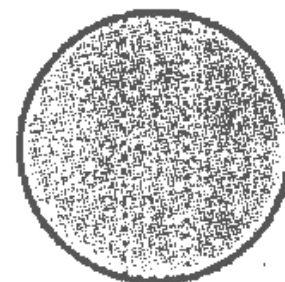
为了准确判断旋光度的大小，测定时通常在视野中分出三分视场。



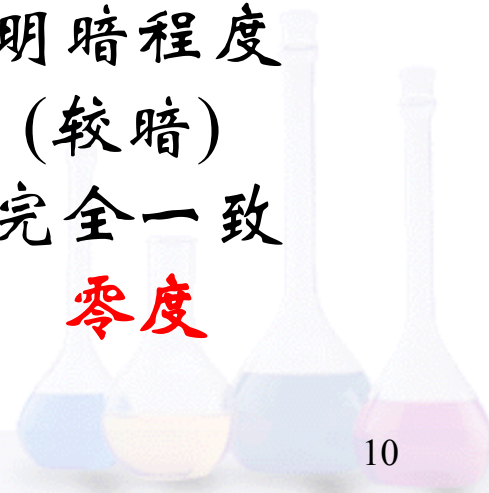
中较暗
两旁明亮



中明亮
两旁较暗



明暗程度
(较暗)
完全一致
零度

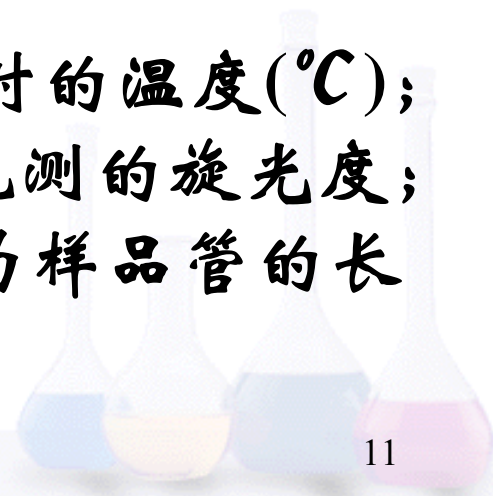


物质的旋光度与测定时所用溶液的浓度、样品管长度、温度、所用光源的波长及溶剂的性质等因素有关。因此，常用**比旋光度** $[\alpha]$ 来表示物质的旋光性。

溶液的比旋光度与旋光度的关系为：

$$[\alpha]_D^t = \frac{\alpha}{c \times L} \quad (\text{溶剂})$$

式中 $[\alpha]_D^{20}$ 为比旋光度； t 为测定时的温度($^{\circ}\text{C}$)； D 表示钠光(波长 $\lambda = 589.3\text{nm}$)； α 为观测的旋光度； c 为溶液的浓度，以 $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 为单位； L 为样品管的长度，以 dm 为单位。



如果被测定的旋光性物质为**纯液体**，可直接装入样品管中进行测定，这时，比旋光度可由下式求出：

$$[\alpha]_{\text{D}}^{\text{t}} = \frac{\alpha}{d \times L}$$

式中d为纯液体的密度(g·mL⁻¹)。



测定旋光度具有以下意义：

1. 测定已知物溶液的旋光度，再查其比旋光度，即可计算出已知物溶液的浓度。

2. 将未知物配制成已知浓度的溶液，测其旋光度，计算出比旋光度，再与文献值对照，作为鉴定未知物的依据。

3. 由比旋光度可按下式求出样品的**光学纯度 (OP)**。光学纯度的定义是：旋光性产物的比旋光度除以光学纯试样在相同条件下的比旋光度。

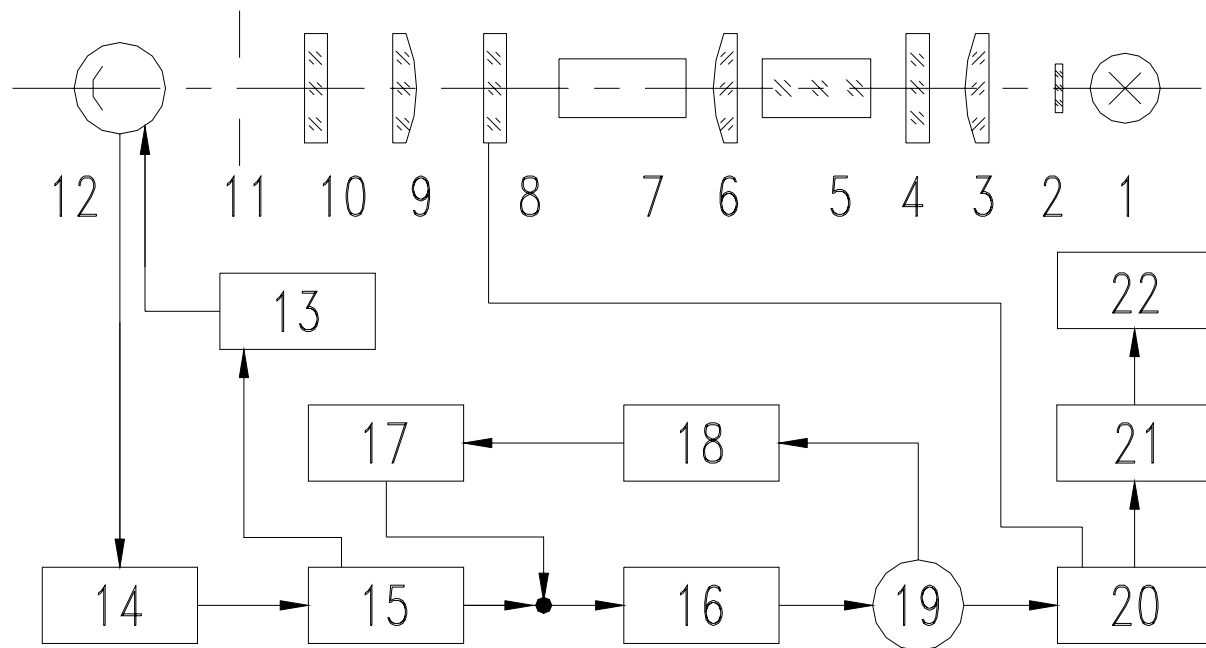
$$\text{光学纯度 (OP)} = \frac{[\alpha]_D^t \text{ 观测值}}{[\alpha]_D^t \text{ 理论值}} \times 100\%$$



WZZ-2S自动旋光仪也是实验室中常用来测定旋光度的仪器之一。它采用光电检测自动平衡原理，进行自动测量。测量结果由数字显示。它具有稳定可靠、体积小，灵敏度高、没有人差、读数方便等特点。对目视旋光仪难以分析的低旋光度样品也能适应。



WZZ-2S旋光仪的**光学系统结构**见下图



- 1-钠灯 2-聚光镜 3-场镜 4-起偏器 5-调制器 6-准直镜 7-试管
 8-检偏器 9-物镜 10-滤色片 11-光栏 12-光电倍增管 13-自动高压
 14-前置放大 15-选频放大 16-功率放大 17-非线性控制
 18-测速反馈 19-伺服电机 20-机械传动 21-模数转换 22-数字显示

三、实验内容与步骤

1. 样品管的充填

将样品管一端的螺帽旋下，取下玻璃盖片(小心不要掉在地上摔碎!)，然后将管竖直，管口朝上。用滴管注入待测溶液或蒸馏水至管口，并使溶液的液面凸出管口。小心将玻璃盖片沿管口方向盖上，把多余的溶液挤压溢出，使管内不留气泡，盖上螺帽。管内如有气泡存在，需重新装填。装好后，将样品管外部拭净，以免沾污仪器的样品室。



2. 用WXG-4型圆盘旋光仪测定糖类化合物的旋光度

(1) 仪器零点的校正和半暗位置的识别

接通电源并打开光源开关，5-10min后，钠光灯发光正常（黄光），才能开始测定。通常在正式测定前，均需校正仪器的零点，即将充满蒸馏水的样品管放入样品室，旋转粗调钮和微调钮至目镜视野中三分视场的明暗程度完全一致（较暗），再按游标尺原理记下读数，如此重复测定五次；取其平均值即为仪器的零点值。



(2) 样品旋光度的测定

先将充满**葡萄糖溶液**的样品管放入旋光仪内，旋转粗调和微调旋钮，使达到半暗位置，按游标尺原理记下读数，重复五次，取平均值，即为旋光度的观测值。由观测值减去零点值，即为该样品真正的旋光度。

例如，仪器的零点值为 -0.05° ，样品旋光度的观测值为 $+9.85^\circ$ ，则样品真正的旋光度为 $\alpha = +9.85^\circ - (-0.05^\circ) = +9.900$ 。

再将充满**果糖溶液**的样品管放入旋光仪内，测定其旋光度。



3. 用WZZ-2S自动旋光仪测定糖类化合物的旋光度

(1) 接通电源后，打开**电源开关**（见仪器左侧），等待10min使钠灯发光稳定。

(2) 打开**光源开关**，（若光源开关打开后，钠光灯熄灭，则再将光源开关上下重复打开1到2次，使钠光灯在直流下点亮，为正常。）

(3) 按“测量”键（见仪器正面），这时液晶屏应有数字显示。

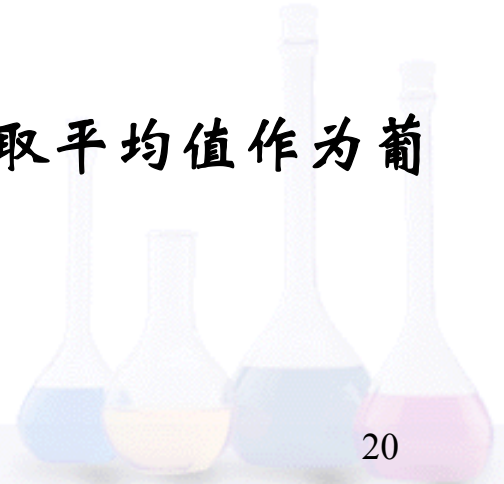
注意：开机后“测量”键只需按一次，如果误按该键，则仪器停止测量，液晶屏无显示。用户可再次按“测量”键，液晶重新显示，此时需重新校零。若液晶屏已有数字显示，则不需按“测量”键。

(4) 将已注入**蒸馏水**的样品管放入仪器试样室的试样槽中，盖上箱盖，待示数稳定后，按下“清零”键，使显示为零。

注意：样品管中若有气泡，应先让气泡浮在凸颈处。

(5) 取出装蒸馏水的样品管，将充满**葡萄糖溶液**的样品管放入试样室的试样槽中，盖好箱盖。仪器读数窗将显示出该样品的旋光度。

(6) 逐次按下**复测**按钮，重复读几次数，取平均值作为葡萄糖溶液的测定结果。



(7) 把**葡萄糖溶液**的换成果糖溶液重复步骤(5)、(6)测定**果糖溶液**的旋光度。

(8) 仪器使用完毕后, 应依次关闭测量、光源、电源开关。

(9) 测定完毕, 将样品管中的液体倒出, 洗净, 吹干, 并在橡皮垫上加滑石粉保存。

应**注意记录**所用样品管的长度、测定时的温度, 并注明所用溶剂(如用水做溶剂则可省略)。



4. 糖类化合物浓度的计算

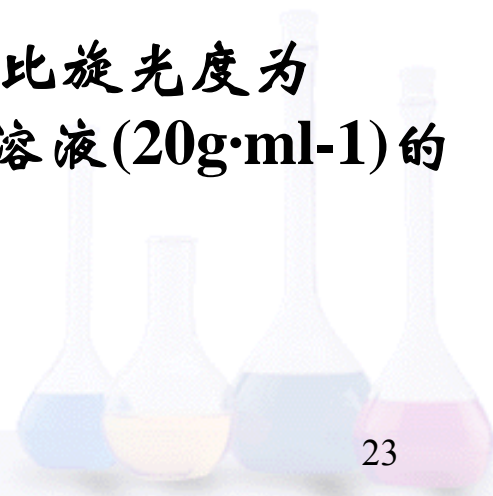
通过实验测得的旋光度，并用下式分别计算葡萄糖溶液和果糖溶液的**浓度**。

$$[\alpha]_D^t = \frac{\alpha}{c \times L} \quad (\text{溶剂})$$



四、思考题

1. 旋光度的测定具有什么实际意义?
2. 若测浓度为 $5\text{g}/100\text{mL}$ 的果糖溶液的旋光度, 能否配制好后立即测定? 为什么?
3. 测旋光度时, 光路上为什么不能有气泡?
4. 若测得某物质的比旋光度为 $+18^\circ$, 如何确定其是 $+18^\circ$ 还是 -342° ?
5. 一个外消旋体的光学纯度是多少?
6. 若用 2dm 长的样品管测定某光学纯物质的比旋光度为 $+20^\circ$, 试计算具有 80% 光学纯度的该物质的溶液($20\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)的实测旋光度是多少?



五、附录

一些糖的比旋光度

名 称	$[\alpha]_{\lambda}^{20}$	名 称	$[\alpha]_{\lambda}^{20}$
D-葡萄糖	+52.5°	麦芽糖	+136°
D-果糖	-92°	乳糖	+55°
D-半乳糖	+84°	蔗糖	+66.5°
D-甘露糖	+14°	纤维二糖	+35°