ДӘРІС №2

ДӘРІС ТАҚЫРЫБЫ

Дәрілік заттарды талдаудағы рефрактометрия әдісі

Пән: Дәрілік заттарды талдаудың заманауи спектрлік әдістері

Теориялық негіздер және спектрлік әдістердің классификациясы

Дәріскер: PhD, Қауымдастырылған профессор
Кудайбергенова Батес Маликовна

Дәріс жоспары

- Рефрактометрия әдісінің физикалық негіздері
- Сыну көрсеткіші және оған әсер ететін факторлар
- Рефрактометрлердің құрылысы мен жұмыс қағидасы
- Өлшеу әдістемесі және нәтижені есептеу
- Фармацевтикалық талдауда қолданылуы
- Әдістің артықшылықтары мен шектеулері

Мақсаты: рефрактометрияның негіздерін және фармацевтикалық талдауда қолданылуын түсіндіру.

Міндеті: сыну көрсеткішін өлшеу, нәтижені есептеу және әдістің қолданылуын сипаттау.

Дәріскер: PhD, Қауымдастырылған профессор Кудайбергенова Батес Маликовна

Рефрактометрияның теориялық негізі

Рефрактометрия — жарықтың бір ортадан екінші ортаға өткен кездегі сынуын өлшеуге негізделген оптикалық талдау әдісі.

Негізгі өлшенетін шама

Сыну көрсеткіші (n) — заттың оптикалық қасиетін сипаттайтын өлшемсіз шама.

Талдау принципі

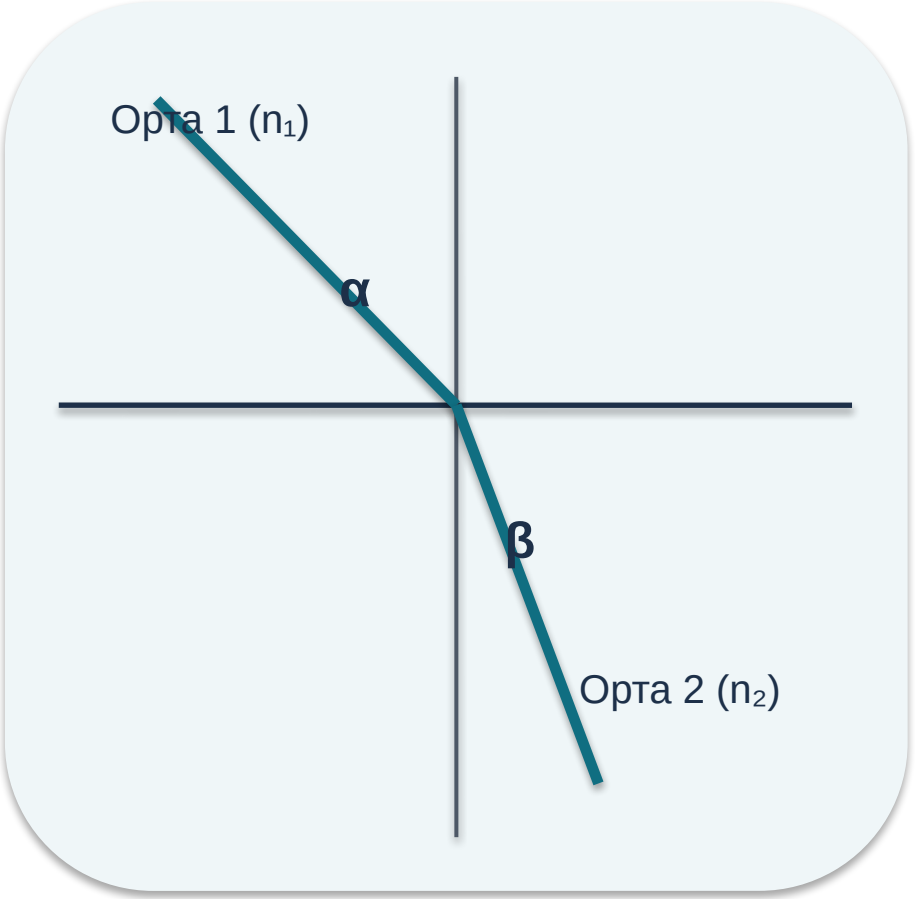
Ерітіндідегі заттың құрамы мен концентрациясы өзгергенде сыну көрсеткіші де өзгереді.

Әдіс сұйық үлгілерді, ерітінділерді және кейбір мөлдір материалдарды сәйкестендіру мен бағалауда қолданылады.

Жарықтың сынуы. Снелль заңы

$$n_1 \cdot \sin \alpha = n_2 \cdot \sin \beta$$

- α — түсу бұрышы; β — сыну бұрышы.
- n_1 және n_2 — бірінші және екінші ортаның сыну көрсеткіштері.
- Оптикалық тығыздығы жоғары ортада жарық сәулесі нормальға қарай бұрылады.



Екі орта шекарасындағы жарық сәулесінің бағыты

Сыну көрсеткіші және оны белгілеу

Абсолюттік сыну көрсеткіші:

$$n = c / v$$

мұндағы c — жарықтың вакуумдағы жылдамдығы;
v — жарықтың зерттелетін ортадағы фазалық жылдамдығы.

$$n^{D^{20}}$$

D — натрийдің D сызығы (~589 нм)

20 — өлшеу температурасы, °C

Фармакопеялық анықтамалық мәндерді салыстырғанда толқын ұзындығы мен температура міндетті түрде ескеріледі.

Сыну көрсеткішіне әсер ететін факторлар

Фактор	Әсері және талдауда ескерілуі
Температура	Көпшілік сұйықтықта температура артқанда n төмендейді.
Толқын ұзындығы	Дисперсия салдарынан n қолданылған жарық толқын ұзындығына тәуелді.
Концентрация	Берілген жүйеде концентрация өзгерсе, n де өзгереді.
Үлгінің құрамы	Қоспалар мен еріткіш арақатынасы өлшеу нәтижесіне ықпал етеді.
Үлгінің біртектілігі	Ауа көпіршігі, бөлшектер және ластану қателікке әкелуі мүмкін.

Салыстырмалы талдауда өлшеу жағдайлары стандартпен бірдей болуы керек.

Рефрактометрдің негізгі түрлері

Аббе рефрактометрі

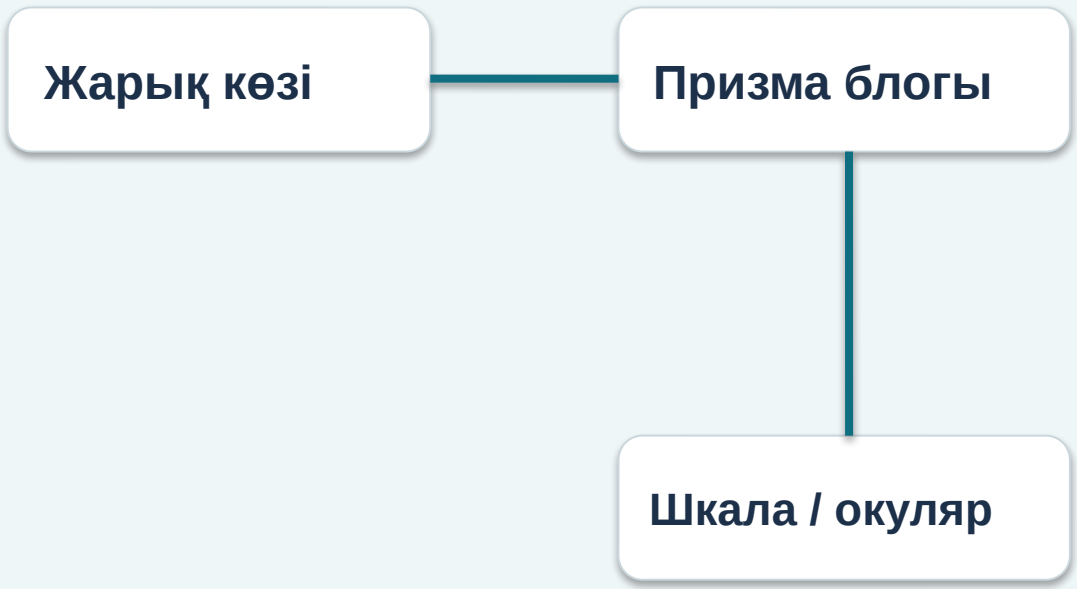
Призмалар мен жарық–көлеңке шекарасы арқылы сыну көрсеткішін анықтайтын зертханалық аспап.

Сандық рефрактометр

Оптикалық сигналды электрондық өңдеу арқылы нәтижені экранға шығаратын аспап.

Өлшеу дәлдігі аспап моделіне, калибрлеуге, температураны бақылауға және үлгі түріне байланысты.

Аббе рефрактометрінің құрылысы



Үлгі призмалардың жанасу бетіне орналастырылады.

- Жарықтандыру жүйесі
- Өлшеу және жарықтандыру призмалары
- Бақылау окуляры немесе оптикалық шкала
- Температураны бақылау жүйесі

Рефрактометриялық өлшеу тәртібі

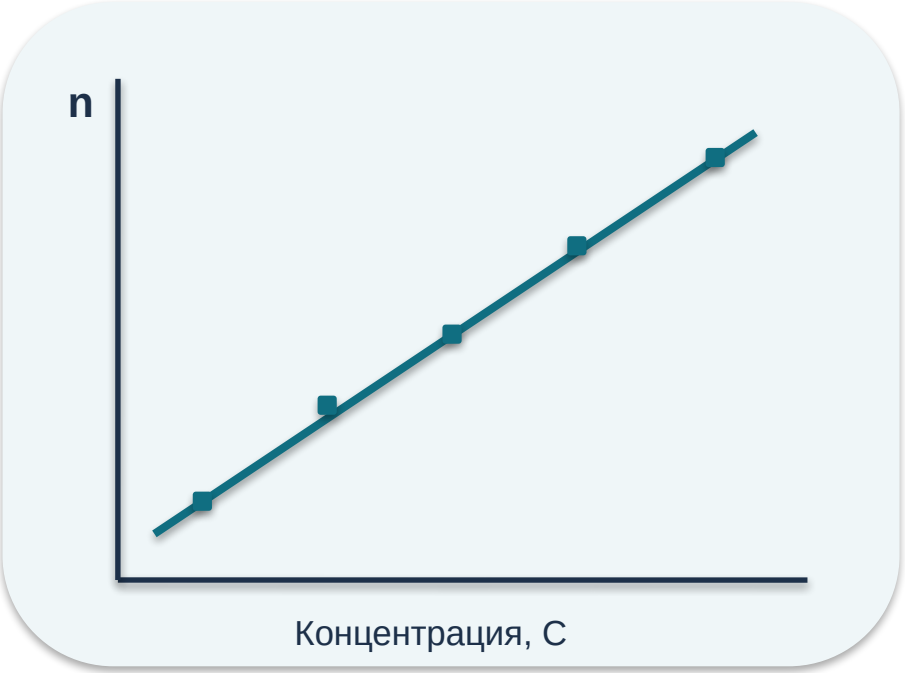
01	**Аспапты дайындау**	Призма тазалығы мен температура тұрақтылығын тексеру.
02	**Калибрлеу**	Нұсқаулыққа сәйкес стандартты сұйықтықпен тексеру.
03	**Үлгіні енгізу**	Бірнеше тамшы үлгіні таза призмаға орналастыру.
04	**Мәнді оқу**	Жарық–көлеңке шекарасын реттеп, n мәнін тіркеу.
05	**Тазалау**	Үлгіні алып, призманы ұсынылған тәсілмен тазалау.

Концентрацияны рефрактометриялық анықтау

Белгілі бір ерітінді–еріткіш жүйесі үшін концентрация мен сыну көрсеткішінің байланысы калибрлеу арқылы анықталады.

$$n = n_0 + k \cdot C$$

- n_0 — таза еріткіштің сыну көрсеткіші;
- C — талданатын компонент концентрациясы;
- k — белгілі диапазонда тәжірибемен анықталатын коэффициент.



Сызба шартты: нақты калибрлеу үлгіге байланысты.

Дәрілік заттарды талдауда қолданылуы

Идентификация

Сұйық субстанцияның сыну көрсеткішін белгіленген аралықпен салыстыру.

Сапаны бақылау

Шикізат пен дайын өнімнің тұрақты физика-химиялық сипаттамасын қадағалау.

Концентрацияны бағалау

Ерітінділердегі еріген зат мөлшерін калибрлік тәуелділік негізінде анықтау.

Технологиялық бақылау

Еріткіштер, аралық өнімдер және сұйық қоспалардың біркелкілігін қадағалау.

Рефрактометрияға тән фармацевтикалық үлгілер

Зерттеу нысаны	Рефрактометриялық міндет
Глицерин және басқа сұйық субстанциялар	Сәйкестік пен тазалықты бағалау үшін n мәнін тексеру.
Этанол–су қоспалары	Тиісті калибрлеу бойынша құрамын жуық бағалау.
Қантты сироптар	Еритін құрғақ заттардың мөлшерін бақылау (°Brix).
Фармацевтикалық ерітінділер	Концентрацияны бақылау; матрица әсерін ескеру.
Өсімдік экстракттары	Технологиялық салыстырмалы бақылау, қажет болса қосымша әдістермен растау.

Ескерту: °Brix — сахароза ерітіндісіне негізделген шкала; басқа құрамдарға тікелей теңестіруге болмайды.

Әдістің мүмкіндіктері және шектеулері

Артықшылықтары

- Өлшеудің жылдам орындалуы
- Үлгінің аз көлемі жеткілікті
- Көп жағдайда күрделі дайындау қажет емес
- Күнделікті бақылауға қолайлылық

Шектеулері

- Спецификалығы төмен
- Қоспаның барлық компонентін жеке ажыратпайды
- Температура мен тазалыққа сезімтал
- Көпкомпонентті үлгіде қосымша әдіс қажет

Қорытынды

- Рефрактометрия — сыну көрсеткішін өлшеуге негізделген қарапайым әрі жылдам оптикалық әдіс.
- Әдістің метрологиялық сенімділігі өлшеу температурасын, толқын ұзындығын және калибрлеуді бақылауға тәуелді.
- Фармацевтикалық талдауда сұйық субстанцияларды сәйкестендіруге, ерітінді құрамын бағалауға және өндірістік бақылауға қолданылады.
- Күрделі қоспалардың құрамын толық ашу үшін рефрактометрия басқа талдау әдістерімен толықтырылады.