

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ХИМИЧЕСКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Метод определения величины удельного вращения

**ГОСТ
18995.3—73**

Organic chemical products.

Method for determination of specific rotation quantity

МКС 71.080.01
71.100.01
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.74

Настоящий стандарт распространяется на органические химические продукты (реактивы, особо чистые вещества или технические продукты) и устанавливает метод определения величины удельного вращения (поляризации).

Определение удельного вращения основано на свойстве некоторых органических соединений вращать плоскость поляризации света.

Вращение называется правым (+), если оно происходит по часовой стрелке, по отношению к наблюдателю, смотрящему на источник света, и левым (-), если оно происходит против часовой стрелки.

Удельное вращение $[\alpha]_D^t$ показывает угол поворота плоскости поляризации, вызываемого индивидуальной жидкостью или раствором оптически активного вещества с концентрацией 1 г/см³, помещенного в поляризационную трубку длиной 1 дм при использовании D-линии натриевой лампы (длина волны 589,3 нм) при температуре t .

Допускается применение поляризационных трубок длиной 2 дм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. АППАРАТУРА

Поляриметр любого типа, позволяющий измерять угол поворота с необходимой точностью.
Термостат.

Термометр с ценой деления шкалы 0,1 °C для измерения температур от 0 до 50 °C.
Колба 1 (2)—100—2 по ГОСТ 1770.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Если поляриметр имеет кожух, то перед началом определения через кожух поляризационной трубки пропускают воду из термостата в течение 10 мин, имеющую температуру $(20,0 \pm 0,1)$ °C. При отсутствии кожуха следует работать в помещении при (20 ± 3) °C.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Затем определяют нулевую точку по инструкции, приложенной к прибору. Если нулевое деление нониуса не совпадает с нулевым делением круговой шкалы, то при вычислении удельного вращения на эту величину вносят поправку со знаком плюс, когда нулевое деление нониуса переместилось по направлению часовой стрелки от нуля шкалы, и минус, если оно переместилось в направлении против часовой стрелки. Нулевую точку определяют пять раз.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

С. 2 ГОСТ 18995.3—73

2.3. Масса испытуемого вещества в 100 см³ раствора, растворитель, а также точность измерения угла поворота плоскости поляризации должны быть указаны в нормативно-технической документации на соответствующее вещество. Испытуемое вещество взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), количественно переносят в мерную колбу, калиброванную при 20 °C, разбавляют водой или другим растворителем, не доливая до метки 2—3 см³. Колбу с раствором выдерживают в термостате при (20,0 ± 0,1) °C в течение 30 мин, доводят объем раствора до метки водой или растворителем, перемешивают и снова выдерживают в термостате при той же температуре в течение 10 мин.

Раствор должен быть прозрачным.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4. При определении удельного вращения индивидуальной жидкости ее выдерживают в термостате при (20,0 ± 0,1) °C в течение 30 мин.

2.5. Допускается использование линии ртутной лампы (длина волны 546 нм) при применении автоматического светоэлектрического прибора.

2.4, 2.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2.6. При применении автоматического прибора подготовку ведут по инструкции, прилагаемой к прибору.

2.7. Испытуемая индивидуальная жидкость или раствор оптически активного вещества должны быть прозрачными, при наличии муты их фильтруют.

2.6, 2.7. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Испытуемый раствор или индивидуальную жидкость помещают в поляризационную трубку так, чтобы на верхнем конце трубы образовался выпуклый мениск. На конец трубы надвигают скользящим движением покровное стекло, срезая при этом мениск. На стекло помещают прокладку и прижимают винтом верхнюю крышку; при этом в трубке не должно оставаться пузырьков воздуха.

Трубку с испытуемым раствором или индивидуальной жидкостью помещают в желоб прибора, закрывают сверху крышкой и наблюдают через окуляр освещенность поля при (20,0 ± 0,1) °C. Вращением маховика и микрометрического винта добиваются освещенности поля и четкого изображения линии раздела.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Отсчет на приборе ведут по шкале следующим образом: число целых градусов отсчитывают от нуля круговой шкалы диска до нулевой черты нониуса. Затем отмечают, какое деление нониуса совпадает с делением круговой шкалы, и находят число десятых и сотых долей градуса. Таким образом измеряют угол вращения в градусах.

Измерение повторяют пять раз.

Из пяти повторных измерений вычисляют среднеарифметическое значение и при необходимости вносят поправку, полученную при определении нулевой точки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ вычисляют по одной из формул, указанных ниже:
для индивидуальных жидкостей

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

для растворов

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

где α — наблюдаемый угол вращения, град.;

l — длина трубы, дм;

ρ — плотность испытуемой жидкости при 20 °C, г/см³;

m — масса испытуемого вещества в 100 см³ раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).