

Chemisches Polarimeter

CHEM-POL

Mit dem chemischen Polarimeter kann die Drehung von linear polarisiertem Licht gemessen werden, welche durch eine optisch aktive Substanz, beispielsweise ein organisches, anorganisches oder biologisches Präparat, bewirkt wird. Mit einem Polarimeter können Sie charakteristische Eigenschaften von Substanzen bestimmen, ohne diese chemisch zu verändern oder zu zerstören.

Mögliche Anwendungen:

- Die Reinheit einer Zuckerlösung bestimmen.
- Razemische Gemische auflösen.
- Die optische Aktivität von Aminosäuren untersuchen.
- Organische und anorganische Synthesen untersuchen, die chirale Endprodukte erzeugen.
- Die enantiomerische Reinheit optisch aktiver Verbindungen bestimmen.
- Die Kinetik von säure- oder enzym-katalysierter Hydrolyse untersuchen.
- Reaktionen von natürlichen Produkten über die optische Drehung untersuchen.



Das Vernier Polarimeter

Lieferumfang

- Vernier Chemisches Polarimeter
- Eine Probenkammer
- Handbuch (diese Anleitung)

Bitte beachten Sie, dass die Produkte von Vernier speziell für Unterrichtszwecke entwickelt werden. Sie sind für Industrie-, Medizin-, Forschungs- und Produktionszwecke nicht geeignet.

Unterstützte Geräte

Messwerverfassung des Polarimeters								
Referenz	LabQuest2	LabQuest	LabQuest Mini mit Computer	GO!Link	Sensor DAQ	TI Nspire / LabCradle	LabQuest Stream	GW Link
CHEM-POL	•	•	•	•	•	•	○ ¹	-
1 Unterstützung in einer späteren Version geplant. Mobile Geräte können mit LabQuest2 angebunden werden.								

Unter www.vernier.com/manuals/chem-pol finden Sie eine aktuelle Liste zur Unterstützung aller Interfaces.

Software zur Messwerverfassung

Sie benötigen ein Interface mit BTA- und BTD-Anschluss und eine geeignete Software zur Darstellung und Auswertung der Daten.

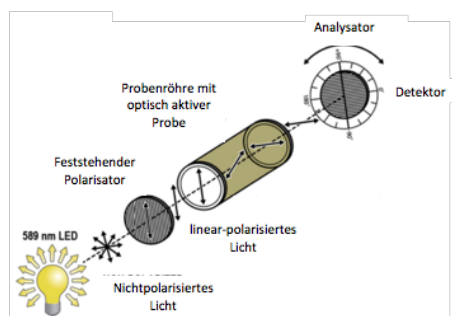
- Logger *Pro* (in Verbindung mit LabQuest, LabQuest 2 oder LabQuest Mini)
- Logger *Lite* unterstützt diesen Sensor nicht.
- LabQuest App (auf einem LabQuest als eigenständigem Gerät)

Weitere Informationen z.B. zur drahtlosen Übertragung auf iOS und Android Geräte finden Sie unter www.vernier.com/chem-pol.

Funktionsweise

Das Vernier Polarimeter ist ein vertikal aufgebautes Polarimeter, mit LED als Lichtquelle und einem feststehenden Polarisator und einem drehbaren Analysator. Es können Änderungen der Drehrichtung von linear polarisiertem Licht bei Anwesenheit eines optisch aktiven Präparates festgestellt werden. Das Polarimeter verwendet einen Lichtsensor und einen bidirektionalen optischen Encoder, um die Menge an Licht zu messen, die die Probe bei jedem Winkel passiert, wenn der Analysator manuell gedreht wird. Es wird ein Graph erzeugt, der eine deutliche Änderung in der Polarisation in Abhängigkeit vom Winkel zeigt. Dies ermöglicht die Bestimmung verschiedener Merkmale des untersuchten chemischen Präparates.

Wie in der nebenstehenden Abbildung zu sehen ist, wird einfallendes, nichtpolarisiertes Licht durch einen feststehenden Polarisator in die Probe geleitet, der nur eine bestimmte Ausrichtung von Licht durchlässt. Die Probe dreht das Licht in einem spezifischen Winkel. Wird nun der Analysator gedreht, wird das gedrehte Licht bei einem bestimmten Winkel maximal durchgeleitet, wodurch Eigenschaften der Probe bestimmt werden können. Ein rechtsdrehendes (+) Enantiomer dreht die Ebene von linearem polarisiertem Licht im Uhrzeigersinn. Ein linksdrehendes (-) Enantiomer dreht die Ebene gegen den Uhrzeigersinn.



schematischer Aufbau des Polarimeters

Messungen mit dem Polarimeter durchführen

Das Polarimeter hat zwei Anschlusskabel, ein analoges BTA-Kabel und ein digitales mit BTD-Anschluss. Beide Anschlüsse werden zum Erfassen der Messwerte benötigt.

1. Verbinden Sie die beiden Polarimeter-Kabel mit den entsprechenden Anschlüssen am Interface. Starten Sie die zugehörige Messwertaufnahmesoftware und wählen Sie *Neu* aus dem Menü aus.

Hinweis: Wenn Sie *Logger Pro* verwenden, sollte der Graph an der x-Achse mit *Winkel* und an der y-Achse mit *Beleuchtungsstärke* beschriftet sein. Stellen Sie sicher, dass der Analysator mit *DIG 1* verbunden ist.

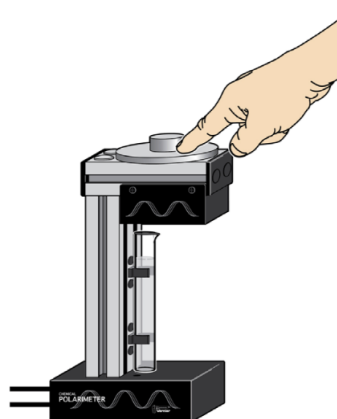
2. Kalibrieren Sie das Polarimeter:

- (a) Füllen Sie destilliertes Wasser oder das entsprechende Lösungsmittel 10 cm hoch in die Polarimeterkammer. Es ist wichtig, dass Sie die Höhe auf 0,1 cm genau ablesen. Lesen Sie an der tiefsten Stelle der eventuell gewölbten Wasseroberfläche ab.
- (b) Stellen Sie die Kammer in das Polarimeter.

Hinweis: Da alle Messungen mit dem Polarimeter relativ sind, wird der Analysator auf 0,00 zurückgesetzt sobald das Messwertaufnahmesprogramm gestartet wird. Möchten Sie über mehrere Tage Messungen vornehmen, können Sie den Analysator manuell zurücksetzen, wenn die Beleuchtungsstärke minimal ist, indem Sie *Zurücksetzen* aus dem Menü auswählen, bevor Sie die Messwertaufnahme starten.

- (c) Starten Sie die Messwertaufnahme und drehen Sie den Analysator, wie in der Abbildung gezeigt, langsam im oder gegen den Uhrzeigersinn, so lange bis die Messwertaufnahme nach 15 s stoppt. **Hinweis:** Langsames Drehen erzeugt eine gleichmäßige Kurve.

Hinweis: Wenn Sie *LabPro* verwenden, dürfen Sie den Analysator nur dann drehen, wenn die Messung gestartet ist. Warten Sie zu Beginn und am Ende der Messwertaufnahme ein paar Sekunden, ohne zu drehen.



Drehung des Analysators

3. Der erste Winkel oberhalb von 0° wo die Beleuchtungsstärke ein Maximum hat, dient als Referenzwinkel. Es gibt verschiedene Möglichkeiten, diesen Winkel zu ermitteln.

- **statistisch:** Um einfach den Winkel mit der höchsten Beleuchtungsstärke zu erhalten, markieren Sie das erste Maximum in der verwendeten Software, wie in Abbildung 3 zu sehen. Wählen Sie im Graphenmenü die Option *Analysieren* → *Statistik* aus. Notieren Sie von den angezeigten Winkeln denjenigen, bei dem die Beleuchtungsstärke maximal ist. Diese Methode ist die schnellste und führt zu reproduzierbaren Rotationswinkel-Messungen von $\pm 2,0^\circ$.

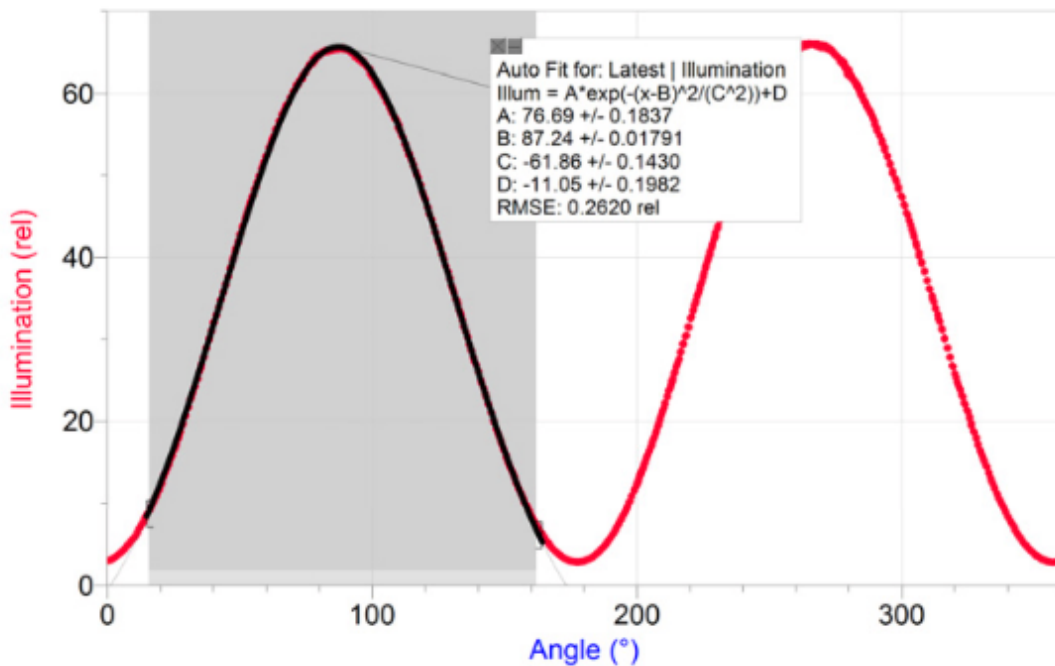
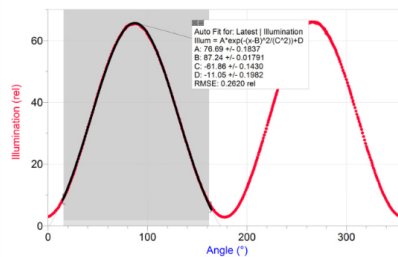


Abbildung 1: Auffinden des Maximalwerts

- **Mit Gauß-Verfahren:** Zur Verbesserung der Genauigkeit der Anpassung markieren Sie das erste Maximum in der verwendeten Software, wie in der Abbildung zu sehen. Wählen Sie dann *Anpassung an Kurve* im Menü *Analyse* aus. Wählen Sie aus der Liste möglicher Gleichungen *Gauß* aus. Der angezeigte Koeffizient B ist der Winkel bei maximaler Beleuchtungsstärke. Diese Methode führt zu reproduzierbaren Rotationswinkel-Messungen von $\pm 0,3^\circ$. Die Daten sind nicht wirklich Gauß-sche, aber die Einfachheit und Genauigkeit dieser Vorgehensweise machen sie zu einer guten Wahl.

Wählen Sie die Maximalwerte einheitlich aus, um optimale Ergebnisse zu erhalten.



Analyse der Kurven

- **Mit Cosinusquadrat:** Um alle Ihre Daten bei der Anpassung zu berücksichtigen, können Sie die Daten an ihre tatsächliche Kurvenform, eine quadrierte Kosinusfunktion, anpassen. Wählen Sie dazu dann *Anpassung an Kurve* im Analysemenü aus. Wählen Sie aus der Liste möglicher Gleichungen \cos^2 aus. Bei dieser Anpassung erhält man den x-Wert der zum maximalen y-Wert gehört aus dem negativen Parameter -C der Phasenverschiebung. Es handelt sich um eine nichtlineare Anpassung, die zahlreiche Iterationen durchläuft und möglicherweise nicht konvergiert. Dies würde zu einer unsinnigen Antwort führen. Achten Sie bitte darauf, dass das Ergebnis bezogen auf die Daten sinnvoll ist. Diese Methode ist die zeitaufwendigste, führt aber dennoch zu reproduzierbaren Rotationswinkel-Messungen mit einer Genauigkeit von $\pm 0,1^\circ$.

4. Speichern Sie die Messung. In *Logger Pro* wählen Sie dazu *aktuelle Messung speichern* aus dem Menü *Experiment*. In der LabQuest App drücken Sie auf das Speichersymbol oben rechts.
5. Sie können nun die optisch aktive Probe in die Polarimeterkammer geben.
 - (a) Gießen Sie die Probe 10 cm hoch in die Polarimeterkammer. Es ist wichtig, dass Sie die Höhe auf 0,1 cm genau ablesen.
 - (b) Stellen Sie die Kammer in das Polarimeter.
 - (c) Starten Sie die Messwerterfassung und drehen Sie den Analysator langsam im oder gegen den Uhrzeigersinn bis die Messwerterfassung beendet ist.
6. Notieren Sie den ersten Winkel oberhalb von 0° , bei dem die Beleuchtungsstärke für die optisch aktive Probe maximal ist. Wiederholen Sie Schritt 3 um diesen Winkel zu bestimmen.
7. Speichern Sie jede Messung wie in Schritt 4.

Hinweis: In der LabQuest App können verschiedene Messungen im selben Graphen angezeigt werden, indem sie den Knopf links neben dem Aktenordner drücken und dort *Alle Messungen* aus dem Menü wählen.

- Um den Drehwinkel α der optisch aktiven Probe zu bestimmen, subtrahieren Sie den Referenzwinkel der maximalen Beleuchtungsstärke (Schritt 3) vom Winkel der Probe bei maximaler Beleuchtungsstärke (Schritt 6).
- Ein Präparat wird unter identischen experimentellen Bedingungen dieselbe spezifische Drehung aufweisen. Um diese zu ermitteln, wird das Biot-Gesetz genutzt:

$$\alpha = [\alpha] \cdot l \cdot c$$
mit dem Drehwinkel α in Grad, der spezifischen Drehung $[\alpha]$ in Grad^{-1} , der Kammerlänge l in dm und der Probenkonzentration c in g/ml.
- Um den Prozentsatz optischer Reinheit zu bestimmen wird die folgende Formel verwendet:

$$\% \text{ optische Reinheit} = \frac{\text{spezifische Drehung der Probe}}{\text{spezifische Drehung eines reinen Enantiomers}} \times 100 \%$$

Der Wert des reinen Enantiomers kann der Literatur entnommen werden oder mit einer reinen Probe gemessen werden, wobei die vom Hersteller angegebene Reinheit der Probe berücksichtigt werden sollte.

Zusätzliche Hinweise:

- Aufgrund der Beschaffenheit der Lichtübertragung ist es wichtig, dass die Probe transparent und homogen ist. Zwar kann sie einen moderaten Anteil Farbe enthalten (bis zu einer optischen Dichte von 2), sollte aber nicht zu dunkel sein, damit das Licht im Detektor noch durchscheinen kann.
- Die Beleuchtungsstärke sollte nicht als quantitativer Wert für dieses Gerät verwendet werden. Der Wert reagiert sehr sensibel auf Änderungen. Schwankungen können schon durch leichte Veränderungen in der Probe hervorgerufen werden, vor allem durch Inhomogenität (beispielsweise Feinstaub und Luftblasen), die Höhe der Probe in der Kammer, die Konzentration der Probe und Fehler im Glas des Probenzylinders oder in der optischen Weglänge.
- Standardmäßig wird in der Polarimetrie eine optische Weglänge von 10 cm verwendet. Da ein solches Probenvolumen jedoch nicht immer möglich ist, können Sie auch genaue Messungen mit Probenhöhen unter 10 cm durchführen. Damit Sie innerhalb der Gerätegenauigkeit von $\pm 1^\circ$ bleiben, sollten Sie Probenhöhen von 2 cm (~ 5 ml) bis 10 cm (~ 25 ml) verwenden. Außerhalb dieses Bereichs können Abweichungen des Lichtwegs auftreten, welche die Genauigkeit des Detektors senken.
- Das Gerät ist mit drei Standfüßen ausgestattet, um optimale Stabilität während der Messungen zu gewährleisten.
- Eine Packung mit vier zusätzlichen Probenkammern können Sie bei Vernier nachbestellen (CELLS-POL).

Videos

Unter www.vernier.com/chem-pol finden Sie Videos zu diesem Sensor.

Kalibrierung

Da Sie relative Messungen optischer Drehungen durchführen, sollten Sie das Polarimeter bei jeder Verwendung neu kalibrieren. Im Abschnitt *Messungen mit dem Polarimeter durchführen* finden Sie die Anleitung hierzu.

Fachbegriffe

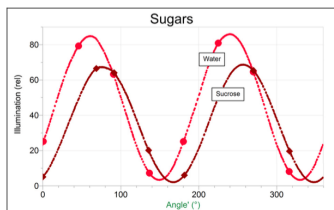
- *Chiralität*: Die Händigkeit, wie bei Rechts- oder Linkshänder. In der Chemie wird damit die räumliche Anordnung von Atomen in einem Molekül beschrieben, bei denen eine Spiegelung an einer Molekülebene, nicht zu einer Selbstabbildung führen. Moleküle mit dieser Eigenschaft werden chiral genannt. In der Kristallographie wird *Chiralität* auch *Enantiomorphie* genannt.
- *Enantiomere* sind Moleküle, die die gleiche chirale Anordnung haben.
- *razemisch* Als razemisches Gemisch bezeichnet man ein Gemisch, das aus zwei verschiedenen chemischen Stoffen besteht, deren Moleküle wie Bild und Spiegelbild aufgebaut sind (Abbildung) und die in äquimolarer Mischung vorliegen, das heißt im Verhältnis 1:1.

Experimente mit dem Polarimeter

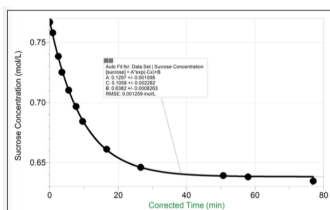
Einige Experimente mit exemplarischen Messwerten und Diagrammen:

¹offiziell ist die Einheit der spezifischen Drehung $\text{Grad} \cdot \text{dm}^{-1} \cdot \text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$, aber in der wissenschaftlichen Literatur wird nur Grad verwendet

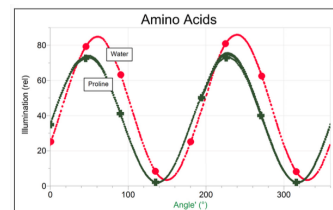
- Die Reinheit einer Zuckerlösung über die optische Drehung bestimmen.
- Organische und anorganische Synthesen untersuchen, die chirale Endprodukte erzeugen.
- Die enantiomerische Reinheit optisch aktiver Verbindungen bestimmen.
- Razemische Gemische auflösen.
- Die Kinetik von säure-katalysierter oder enzym-katalysierter Hydrolyse untersuchen.
- Die optische Aktivität von Aminosäuren untersuchen.
- Reaktionen von natürlichen Produkten über die optische Drehung untersuchen.



Reinheit einer Zuckerlösung



Kinetik von säure-katalysierter Hydrolyse



Optische Aktivität von Aminosäuren

Problembehandlung

Unter www.vernier.com/til/2591 finden Sie weitere Informationen zur Problembehandlung sowie einen FAQ-Bereich.

Technische Daten

Enkoder-Auflösung:	0,25°
Genauigkeit (bei Messungen optischer Drehungen):	±1°
Empfindlichkeit:	bis zu einer optischen Dichte von 2
Optischer Enkoder:	Bidirektional, Drehimpulsgeber, 360 Perioden pro Umdrehung
Lichtquelle:	LED
Wellenlänge (nominal):	589 nm (=gelbes Natriumlicht)

Zubehör

- Polarimeterzellen (4 Stück) CELLS-POL

Gewährleistung

Vernier gibt auf dieses Produkt fünf Jahre Garantie ab dem Tag der Auslieferung an den Kunden. Die Garantie ist beschränkt auf fehlerhaftes Material oder fehlerhafte Herstellung. Fehler durch falsche Handhabung sind von der Garantie ausgeschlossen.



Technik-LPE GmbH
Friedrichsdorfer Landstr. 64
69412 Eberbach

06271 944650-1
info@technik-lpe.com