***Fiziki və fiziki-kimyəvi analiz üsulları***

Fiziki-kimyəvi üsullar maddənin fiziki xassələrinin onun kimyəvi tərkibindən asılı olmasına əsaslanır. Fiziki-kimyəvi üsullar əsasən tez yerinə yetirilməsi, seçici olması, yüksək həssaslığı və avtomatik yerinə yetirilməsi imkanlarına görə fərqlənir. Bu üsullarla dərman maddələrinin eyniliyini, təmizliyini və miqdarını təyin etmək mümkündür. Analiz üçün yoxlanılan maddənin az miqdarı da dəqiq nəticələrin alınması üçün yetərlidir. Göstərilən amillərə görə fiziki-kimyəvi üsulların əhəmiyyəti daha da artır və ayrı-ayrı dərman maddələri və ya dərman qarışıqlarının analizində geniş istifadə olunur.

Fiziki və fiziki-kimyəvi üsulları aşağıdakı qruplara bölmək olar:

* optik üsullar;
* elektromaqnit şüalarının udulmasına əsaslanan üsullar;
* şüanın buraxılmasına əsaslanan üsullar;
* maqnit sahəsinin istifadəsinə əsaslanan üsullar;
* elektrokimyəvi üsullar;
* termiki üsullar;
* bölünmə üsulları.

**Optik üsullar**

Optiki üsullar analiz olunan maddənin və ya onun məhsulu olan maddələrin optik xassələrinə əsaslanır. Optik analiz üsullarına polyarimetriya və refraktometriya aiddir.

 **Polyarimetriya**

Polyarimetriya üsulu maddənin polyarizəolunmuş şüanın polyarizasiya müstəvisini fırlatma xassəsinə əsaslanır. Molekulunda asimmetrik karbon atomu olan üzvi maddələr polyarizasiya müstəvisini fırlatma qabiliyyətinə malik olur. Polyarizasiya müstəvisinin ilkin vəziyyətindən meyllənməsi bucaq dərəcələri ilə ifadə olunur, onun ilkin vəziyyətindən meyllənmə kəmiyyəti isə **fırlatma bucağı** adlanır və α ilə işarə olunur.

 Polyarizasiya müstəvisini sağa fırladan (sağ izomer) maddələr sağ (+) və ya *d* işarəsi ilə qeyd olunur, polyarizasiya müstəvisini saat əqrəbi istiqamətində fırladır. Polyarizə müstəvisini sola fırladan maddələr sola fırladan (sol izomer) adlandırılır, adından əvvəl *l* və ya sol (-) işarəsi qoyulur, polyarizasiya müstəvisini saat əqrəbinin əksinə fırladır.

Maddənin optik fəallığı **xüsusi fırlatma**  vahidi ilə xarakterizə olunur.

Müxtəlif maddələrin polyarizə müstəvisini fırlatmaq qabiliyyətinin müqayisəli qiymətləndirilməsinə əsasən xüsusi fırlatma hesablanır. Konsentrasiyası 1 ml həcmdə 1 qr və qatının qalınlığı 1 dm olan məhlulun polyarizə müstəvisini fırlatması xüsusi fırlatma adlanır. Xüsusi fırlatma 200 C temperaturda və natriumun D spektri xəttinin dalğa uzunluğunda aparılırsa, onu ilə işarə edirlər.

Maye maddələr üçün xüsusi fırlatma aşağıdakı düstura əsasən hesablanır:



burada:

α – ölçülmüş fırlatma bucağı, dərəcələrlə;

*l* – maye qatının qalınlığı, desimetrlərlə;

ρ – mayenin sıxlığıdır.

Məhlullar üçün xüsusi fırlatma aşağıdakı düstura əsasən hesablanır:



burada:

α – ölçülmüş fırlatma bucağı, dərəcələrlə;

*l* – maye qatının qalınlığı, desimetrlərlə;

c – 100 ml məhlulda olan maddənin qramlarla miqdarını ifadə etməklə məhlulun konsentrasiyasıdır.

Xüsusi fırlatma məhlullarda təyin edilirsə, nəzərə almaq lazımdır ki, xüsusi fırlatma əmsalı həlledicinin təbiətindən və məhlulun qatılığından da asılıdır. Həlledici dəyişdikdə nəinki fırlatma bucağı əmsalı, həm də onun istiqaməti dəyişə bilər. Əksər hallarda xüsusi fırlatma konsentrasiyanın müəyyən intervalında daimidir. Odur ki, xüsusi fırlatma əmsalını göstərdikdə həlledici və maddənin konsentrasiyasını qeyd etmək lazımdır.

Xüsusi fırlatması daimi olan konsentrasiyanın müəyyən intervalında, firlatma bucağına əsasən məhlulda maddənin konsentrasiyasını müəyyən etmək olar. Bu məqsədlə aşağıdakı düsturdan istifadə edilir:



Fırlatma bucağı əmsalının ölçülməsi polyarimetrdə 0,010 dəqiqliklə aparılır. Cihazın sıfır nöqtəsi müəyyən edildikdən sonra (mayelər üçün boş borucuq, məhlullar üçün təmiz həlledici ilə), tədqiq ediləcək nümunə ilə təyinat aparılır. İkinci və birinci təyinatlar arasında olan cəbri fərq fırlatma bucağından (α) ibarətdir.

**Mutarotasiya** – optik fəal maddələrin məhlullarda, anomerlərin biri-birinə keçmə nəticəsində optik fırlatma dərəcəsinin dəyişməsi. Monoşəkərlərə, oliqoşəkərlərə xarakterikdir.

Qlükozanın misalında mutarotasiya alfa (36%) və beta (64%) formalar arasında tarazlığın yaranması ilə izah olunur. Aralıq hesab edilən aldehid forması çox azdır. Beta-formanın üstün olması onun termodinamik baxımdan stabil olması ilə izah edilir.

**Polyarimetriyanın analitik imkanları**

Polyarimetrik üsulla aşağıdakı analitik prosedurlar həyata keçirilir:

− *eyniliyinin təyini* – müəyyən temperatur və polyarizəolunmuş şüanın dalğa uzunluğunda ölşülmüş xüsusi fıratma bucağı hər bir maddə üçün fərdi və daimi göstəricidir.

Polyarimetriya (spektropolyarimetriya) optik fəal maddələrin *quruluşlarının öyrənilməs*i, *izomer təmizliyinin* müəyyən edilməsi və maddələrin mütləq quruluşlarının öyrənilməsində istifadə olunur.

− *miqdarı təyinat,* maddələrin fırlatma bucağı həmçinin onların qatılığından asılıdır. Bunula əlaqədar polyarimetrik üsulla maddələrin miqdarı təyini ya *kəlibr əyrisi*nin hazırlanması (optik fəal maddənin fırlatma bucağının onun qatılığından asılılığı əyrisi) ya da *hesabla üsulla* aparmaq olar.

**Üsulun çatışmazlığı:**

− *həssalığın aşağı olması*, bununla əlaqədar bu üsulu miqdarı analiz üçün o vaxt istifadə etmək olarki, onun məhlullda qatılığı 1% aşağı olmasın;

− *nisbətən* *aşağı dəqiqlik*;

− *aşağı selektivlik,*оnunla bağlıdır ki, müxtəlif maddələrin optiki fəallığı yaxın ola bilər, bəzi hallarda isə üst-üstə düşə bilər. Bununla əlaqədar bu üsulu fərdi maddələrin və ya onlardan hazırlanan məhlulların analizi üçün istifadə etmək olar.

**Üsulun üstünlükləri:**

− *sadəlik və əlçatan* olması – həm avadanlıq baxımdan, həm yerinə yetirilmə baxımdan, həm də yüksəkhazırlıqlı personalın tələb olunmaması baxımdan.

− *ekspresslik –* tez bir zaman ərzində yerinə yetirilmə;

− *iqtisadi sərfəlilik –* bahalı reaktiv və avadanlıq tələb etmir.