



Asist. Univ. Dr. ALICE PIPEREA-ȘIANU

**ANALIZĂ INSTRUMENTALĂ ȘI
METODE DE SEPARARE A SPECIILOR
CHIMICE APLICATE ÎN DOMENIUL
FARMACEUTIC.
BAZE TEORETICE ȘI PRACTICE**

Editura Universității "Titu Maiorescu"
Editura Hamangiu
București, 2016

UNIVERSITATEA „TITU MAIORESCU”

Asist. Univ. Dr. **ALICE PIPEREA-ȘIANU**

Farmacist specialist
Doctor în Științe Farmaceutice

**ANALIZĂ INSTRUMENTALĂ ȘI METODE
DE SEPARARE A SPECIILOR CHIMICE
APPLICATE ÎN DOMENIUL FARMACEUTIC.
BAZE TEORETICE ȘI PRACTICE**

EDITURA UNIVERSITĂȚII „TITU MAIORESCU” • EDITURA HAMANGIU

București
2016

Copyright@2016 Editura Universității Titu Maiorescu

Editură recunoscută C.N.C.S.I.S.

Toate drepturile asupra acestei ediții sunt rezervate editurii și autorilor.

Nicio parte din această lucrare nu poate fi reprodusă, stocată sau transmisă indiferent prin ce formă, fără acordul prealabil scris al autorilor.

Editura Universității Titu Maiorescu București

Telefon: 021.330.10.50; Fax: 021.311.22.97

www.utm.ro

Editura Hamangiu SRL

Str. Col. Popeia nr. 36, sector 5, București, O.P. 5, C.P. 91

Tel./Fax: 021.336.04.43; 31.805.80.21

Vânzări: 021.336.01.25; 031.425.42.24

E-mail: redactie@hamangiu.ro; distributie@hamangiu.ro

Descrierea CIP a Bibliotecii Naționale a României

PIPEREA-ȘIANU, ALICE

Analiză instrumentală și metode de separare a speciilor chimice aplicate în domeniul farmaceutic : baze teoretice și practice / Alice Piperea-Șianu. - București :

Editura Hamangiu : Editura Universității Titu Maiorescu, 2016

ISBN 978-606-27-0557-2

ISBN 978-606-767-019-6

615

CUPRINS

I.INTRODUCERE ÎN ANALIZA CHIMICĂ INSTRUMENTALĂ.....	6
I.1.Metodele clasice de analiză (neinstrumentale)	6
I.2.Metodele instrumentale de analiză	8
II.METODE ELECTROCHIMICE DE ANALIZĂ.....	10
II.1.Potențimetriă	10
II.1.1.Potențimetriă directă	11
II.1.1.1.Aparatura	13
II.1.1.2.Tehnica de lucru	13
II.1.1.3.Aplicații	16
II.1.2.Titrarea potențimetrică	18
II.1.2.1. Baze teoretice	18
II.1.2.2.Dispozitivul de titrare potențimetrică	25
II.1.2.3.Tehnica generală de lucru	26
II.1.2.4.Determinarea volumului la punctul de echivalență.....	28
II.1.2.5.Aplicații ale dozării potențimetrice în domeniul farmaceutic	38
III.METODE SPECTROMETRICE DE ANALIZĂ.....	72
III.1.Generalități.....	72
III.1.1.Parametrii care caracterizează radiația electromagnetică.....	74
III.1.1.1.Proprietăți de undă	74
III.1.1.2.Proprietăți de particulă	75
III.1.2.Clasificarea metodelor de analiză instrumentală	76
III.2.Metodele optice de analiză	77
III.2.1.Spectrometria de absorbție în UV-VIS.....	77
III.2.1.1.Introducere în spectrometria de absorbție UV-VIS	77
III.2.1.2.Caracteristicile spectrelor de absorbție UV-vis.....	79
III.2.1.3.Cuantificarea energiei moleculare	80
III.2.1.4.Origena benzilor de absorbție în UV-vis	84
III.2.1.5.Modificări ale benzilor de absorbție	91
III.2.1.6.Legea fundamentală a absorbției luminii - Legea Lambert –	
Beer	92
III.2.1.7.Aparatura utilizată în spectrometria UV-VIS.....	96
III.2.1.8.Aplicații ale spectrometriei UV-VIS în domeniul farmaceutic.	99
III.2.1.9.Aplicații practice ale spectrometriei UV-vis în domeniul	
farmaceutic.....	109
III.2.1.10.Analize UV-vis cu aplicații în controlul medicamentului.....	180

IV.METODE CROMATOGRAFICE DE ANALIZĂ.....	187
IV.1.Generalități	187
IV.1.1.Avantajele metodelor cromatografice	188
IV.1.2.Terminologie specifică	188
IV.1.3.Etapele generale ale analizei cromatografice	190
IV.1.4.Mecanismul separării unui singur component.....	191
IV.1.5.Clasificarea metodelor cromatografice	191
IV.1.5.1.Clasificarea metodelor cromatografice în funcție de natura fazelor staționare și mobile	192
IV.1.5.2.Clasificarea metodelor cromatografice în funcție de forma izotermei.....	192
IV.1.5.3.Clasificarea metodelor cromatografice în funcție de mecanismele care stau la baza separării cromatografice	196
IV.1.5.4.Clasificarea metodelor cromatografice în funcție de modul de dispunere al FS.....	197
IV.1.5.5.Clasificarea globală a metodelor cromatografice.....	198
IV.2.Cromatografia de adsorbție	199
IV.2.1.Fazele staționare în cromatografia de adsorbție	200
IV.2.2.Fazele mobile în cromatografia de adsorbție	201
IV.3.Cromatografia de repartitie	201
IV.3.1.Faze staționare în cromatografia de repartitie	202
IV.3.2.Suportul solid în cromatografia de repartitie	203
IV.3.3.Faze mobile în cromatografia de repartitie	204
IV.4.Cromatografia prin excludere sterică	204
IV.4.1.Mecanismul de excludere sterică.....	205
IV.4.2.Faze staționare în cromatografia prin excludere sterică	207
IV.5.Cromatografia de afinitate	208
IV.5.1.Mecanismul cromatografiei de afinitate	208
IV.5.2. Aplicațiile cromatografiei de afinitate.....	209
IV.6.Cromatografie pe hârtie.....	210
IV.6.1.Faze mobile în cromatografia pe hârtie.....	210
IV.6.2.Faze staționare în cromatografia pe hârtie	210
IV.6.3.Aparatura în cromatografie pe hârtie	211
IV.6.4.Tehnica de lucru	212
IV.6.5.Etapele de lucru în cromatografia pe hârtie	215
IV.6.6.Detecția spoturilor în cromatografia pe hârtie	217
IV.6.6.1.Metode chimice	217
IV.6.6.2.Metode fizice	218
IV.6.6.3.Metode biofizice	219

IV.6.7. Aplicații ale cromatografiei pe hârtie	220
IV.6.7.1. Determinarea identității speciilor chimice	220
IV.6.7.2. Determinarea purității speciilor chimice	222
IV.6.7.3. Determinarea cantitativă a speciilor chimice	225
IV.6.7.4. Exemple de aplicații practice	226
IV.7. Cromatografia în strat subțire (CSS)	236
IV.7.1. Faze staționare în CSS	236
IV.7.2. Faze mobile în CSS	239
IV.7.3. Aparatura în CSS	239
IV.7.4. Tehnica de lucru în CSS	240
IV.7.5. Detecția spoturilor în CSS	242
IV.7.6. Aplicații ale CSS	242
IV.7.6.1. Exemple de aplicații practice ale CSS	243
IV.7.6.2. Analize CSS cu aplicații în controlul medicamentului	245
IV.7.6.3. Analize CSS cu aplicații în toxicologie	251
IV.8. Cromatografia prin schimb ionic	259
IV.8.1. Clasificarea schimbătorilor de ioni	260
IV.8.2. Principiul metodei în cromatografia prin schimb ionic	263
IV.8.3. Rata de distribuție	265
IV.8.4. Proprietățile rășinilor schimbătoare de ioni	265
IV.8.5. Etapele procesului de schimb ionic pe coloană	267
IV.8.6. Determinarea capacității de schimb ionic a unei rășini schimbătoare de cationi	270
IV.8.7. Determinarea capacității de schimb ionic a unei rășini schimbătoare de anioni	277
IV.8.8. Determinarea acido-bazică a durității totale a apei	280
IV.8.9. Separarea unui amestec de Ni^{2+} și Zn^{2+} folosind un anionit și dozarea celor doi ioni separați	285
IV.9. Cromatografia de lichide de înaltă performanță	293
IV.9.1. Cromatografia lichid-solid	294
IV.9.1.1. Cromatografia lichid-solid cu mecanism de adsorbție	294
IV.9.1.2. Cromatografia lichid-solid cu mecanism de schimb ionic	295
IV.9.1.3. Cromatografia lichid-solid cu mecanism de excluziune sterică	295
IV.9.2. Cromatografia lichid-lichid	295
IV.9.3. Aparatura în HPLC	296
IV.9.4. Cromatograma	300
IV.9.4.1. Picul cromatografic	300
IV.9.4.2. Separarea cromatografică	305
IV.9.5. Aplicații ale analizelor HPLC	309

IV.9.5.1.Analiza calitativă	310
IV.9.5.2.Analiza cantitativă.....	310
IV.9.5.3.Aplicație practică în domeniul farmaceutic.....	314
V.ECHILIBRE DE EXTRAȚIE	318
V.1.Echilibrul de extracție lichid-lichid.....	318
V.1.1.Constanta de distribuție a unui solut între două faze nemiscibile	319
V.2.Aplicații practice	323
V.2.1.Separarea prin extracție și dozarea clorhidratului de papaverină.....	323
V.2.2. Separarea prin extracție și dozarea ionilor Cl ⁻ și I ⁻ dintr-un amestec.....	328
VI.NORME DE PROTEȚIE A MUNCII, PREVENIRE A ACCIDENTELOR ȘI MĂSURI DE PRIM AJUTOR ÎN LABORATORUL DE CHIMIE ANALITICĂ.....	337
VII.BIBLIOGRAFIE	355