

11784. ANALISI DEI MEDICINALI III(GR_A), a.a. 2012/2013
Docente: Carlo Bertucci. Numero crediti: 7

• Programma/Contenuti

- **Solubilità dei farmaci.** Espressioni della solubilità. Tipi di solventi. Polarità. Legame a idrogeno, ionico, di Van der Waals. Forze intermolecolari attrattive. Relazioni struttura-solubilità. Solubilità e carattere acido e basico di farmaci.
- **Caratterizzazione di farmaci allo stato liquido.** Punto di ebollizione a pressione ridotta, determinazione del punto di ebollizione, legge di Raoult, diagrammi liquido vapore. Densità. Calcolo della densità relativa e assoluta, picnometro e alcolometro. Indice di rifrazione: misura dell'indice di rifrazione col rifrattometro di tipo Abbe, analisi qualitativa di sostanze liquide di interesse farmaceutico.
- **Caratterizzazione di farmaci allo stato solido.** Solidi cristallini e amorfi, punto di fusione, effetto delle impurezze sul punto di fusione. Cristallizzazione come metodo di purificazione. Diagrammi di stato, miscele eutettiche, soluzioni solide. DSC, microcalorimetria.
- **Determinazione delle costanti fisiche** Potere rotatorio specifico: determinazione del potere rotatorio specifico; polarimetro, schema dello strumento; purezza ottica di farmaci chirali.

- **Preparazione del campione-Metodi estrattivi.** Estrazione con solvente: liquido/solido (accelerata, con microonde, controllo P e T) estrazione liquido/liquido. Coefficiente di ripartizione. Estrazione singola e multipla. Parametri per migliorare le estrazioni L/L: pH, temperatura, presenza di sali. Applicazioni a formulazioni farmaceutiche.
- Estrazione quantitativa in fase solida (SPE). Principi della tecnica e applicazioni. Tipi di sorbenti, matrici a diversa funzionalità. Procedure pratica e fasi operative. Applicazioni all'analisi di farmaci. Convalida dei metodi, calcolo dei recuperi.
- Microestrazione in fase solida (SPME): principi e applicazioni.
- **Spettroscopia UV-VISIBILE** Introduzione, strumentazione. Analisi qualitativa di farmaci. correlazione spettro UV-Vis e struttura chimica di farmaci; Massimi di assorbimento e coefficiente di estinzione, quozienti di assorbanza; riconoscimento dei principali cromofori semplici e coniugati di farmaci, effetto del solvente e del pH.
- **Spettroscopia IR:** Introduzione, teoria classica e quantomeccanica, strumentazione, applicazioni all'analisi farmaceutica, riconoscimento dei principali gruppi funzionali di farmaci.

- **Introduzione alle tecniche cromatografiche per l'analisi qualitativa di farmaci.** Cromatografia liquida a fase inversa e diretta, a scambio ionico, di formazione di coppie ioniche, di esclusione molecolare. Teoria della separazione cromatografia. Tempo di ritenzione, fattore di capacità, selettività, efficienza, risoluzione, equazione di Van Deemter. Criteri di scelta della tecnica cromatografia in funzione della struttura del farmaco. Ottimizzazione delle separazioni cromatografiche. Rivelatore UV a fotodiodi. Calcolo della purezza dei picchi. Analisi qualitativa tramite sovrapposizione spettri UV acquisiti in linea. Cromatografia su strato sottile per analisi qualitativa di farmaci.
- **Analisi elementare qualitativa (saggio di Lassaigne).**
- **Analisi organica funzionale qualitativa:** idrocarburi, alcoli, fenoli, chetoni, aldeidi, acidi, esteri, ammine, ammidi, nitroderivati e composti solforati.
- **Profilo analitico di alcune classi di farmaci:** alcaloidi, amminoacidi, steroidi, zuccheri e glicosidi, barbiturici, xantine, penicilline, fenotiazine e benzodiazepine.

ESERCITAZIONI:

- Riconoscimento qualitativo di sostanze di interesse farmaceutico tramite metodi chimici e strumentali (spettroscopia UV e IR, polarimetria, rifrattometria, HPLC)
 - Estrazione in fase solida (SPE) con cartucce SAX (strong anion exchanger) di ketoprofene racemico da compresse di Orudis: costruzione retta di taratura tramite spettrofotometria UV e convalida del metodo .
 - Analisi di efedrina e sodio benzoato in sciroppo con estrazione liquido-liquido.
 - Analisi HPLC-DAD di sulfamidici.
-
- **Testi/Bibliografia**
 - Principi di Analisi Farmaceutica, V. Cavrini, V. Andrisano, Società Editrice Esculapio, 2013, Bologna.