



Corso di Studi in **Chimica e Tecnologia Farmaceutiche** (DM 270) - a.a. **2017-18**

NOME INSEGNAMENTO **Laboratorio di sintesi, estrazione ed analisi dei farmaci**

ANNO DI CORSO IV SEMESTRE 2° CFU 11

| | Cognome Nome | Ruolo |
|----------------------------------|----------------------|-----------------------------|
| Docente titolare del corso (A-H) | Lacivita Enza | Professore Associato |
| Docente titolare del corso (I-Z) | Niso Mauro | Ricercatore |

| Canale | e-mail | Telefono | Ubicazione |
|--------|--|-------------------|-------------------|
| (A-H) | enza.lacivita@uniba.it | 0805442750 | Stanza 442 |
| (I-Z) | mauro.niso@uniba.it | 0805442231 | Stanza 440 |

Programma del corso di insegnamento:

Programma del corso di insegnamento

Studi di composti organici inerenti al corso. Identificazione di molecole allo stato puro e di sostanze organiche in miscela. Saggi di valutazione della purezza. Aspetto esteriore della sostanza. Determinazione della solubilità in acqua, acetato d'etile, soluzioni acquose acide e basiche. Punto di fusione e metodo di determinazione. Studio di miscele solide a due componenti. Sublimazione, cristallizzazione semplice e frazionata. Filtrazione e metodi di filtrazione. Tensione di vapore ed evaporazione, ebollizione, determinazione del punto di ebollizione. Distillazione di sistemi a più componenti: distillazione semplice, frazionata e in corrente di vapore. Estrazione con solvente, continua e discontinua; estrazione con fluidi supercritici; estrazione con solvente accompagnata da sonicazione e da microonde; estrazione in fase solida. Frazionamento di miscele organiche e smistamento di miscela secondo Staudinger. Reazioni di identificazione di sostanze riportate in Farmacopea.

Cromatografia su colonna a bassa pressione. Cromatografia di adsorbimento: fasi stazionarie (tipologie e caratteristiche), fasi mobili (serie eluotrope), modalità operative. Gel filtration chromatography: parametri della GFC, curva di calibrazione, struttura dei gel, fasi mobili compatibili. Cromatografia di scambio ionico: struttura chimico-fisica della matrice, scambiatori di anioni o cationi, granulometria, capacità di rigonfiamento, capacità di scambio, fasi mobili compatibili. Cromatografia di affinità: cenni. Aspetti teorici della cromatografia. Il cromatogramma. Parametri cromatografici: costante di distribuzione, fattore di capacità, selettività, efficienza, risoluzione, capacità. Equazioni di van Deemter. Cromatografia su strato sottile: tecnica operativa (deposizione del campione; eluizione; rivelazione con luce ultravioletta o reagenti chimici), analisi qualitativa (fattore di ritardo). Gascromatografia: gas di trasporto, iniezione (siringhe, iniettori), colonne impaccate e capillari WCOT, SCOT, PLOT, fasi stazionarie, condizioni analitiche isoterme o a variazione di temperatura programmata, rivelatori TCD, FID, ECD, MS (sensibilità, selettività, stabilità, tempo di risposta, rumore di fondo, deriva del segnale, limite di rivelabilità, intervallo di linearità). Derivatizzazione in gascromatografia. Analisi di combustione. Analisi qualitativa in Gas-cromatografia. Cromatografia liquida ad elevate prestazioni (HPLC): fasi

mobili, pompe reciprocanti, trattamento del campione, iniettore Rheodine, precolonna, fase stazionaria per HPLC (fase normale, fase inversa), rivelatori (UV, indice di rifrazione, fluorescenza, interfaccia LC-MS). Analisi dei farmaci chirali: aspetti generali, polarimetria (radiazione polarizzata, alfa-D, polarimetro, impieghi qualitativi e quantitativi), fasi stazionarie chirali (Pirkle type; cellulosa, ciclodestrine, eteri corona, a scambio di ligando, proteine, antibiotici macrociclici). Sintesi e preparazione di farmaci: vetreria e apparecchiature.

Procedure sintetiche di reazioni in ambiente anidro, ad elevata pressione, a bassa temperatura, con riscaldamento a riflusso. Esempi: reazione di Grignard, esterificazioni, sostituzione nucleofila in ambiente anidro e non, riduzione con Nickel Raney, acilazione di Friedel-Crafts, reazione di Suzuki.

Programma delle esercitazioni di laboratorio

Solubilità; Determinazione del punto di fusione; Metodi di purificazione: cristallizzazione, sublimazione, distillazione; Purificazione acido benzoico mediante cristallizzazione; Riconoscimento di alcuni cationi; Riconoscimento di fenoli, ammine aromatiche, composti carbonilici; Saggi di riconoscimento riportati in F.U.; Prove incognite su sostanze organo-metalliche e sostanze organiche F.U.; TLC con serie Eluotropa; Estrazione e separazione di una miscela, riconoscimento delle sostanze separate, attraverso saggi e TLC. Estrazione della caffeina dalle foglie del the. Sintesi in laboratorio: reazione di riduzione di chetoni; esterificazione e di acidi carbossilici, sintesi del Luminol e modalità di uso.

Testi consigliati

R. Cozzi, P. Protti, T. Ruaro "Elementi di analisi chimica strumentale" Zanichelli Ed.
Esposito, Iavarone, Trogolo "Analisi organica Qualitativa". Editrice Universitaria di Roma La Goliardica.

Tipo di esame

Orale