



Corso di Studi in **Chimica e Tecnologia Farmaceutiche** (DM 270) - a.a. **2019-20**

NOME INSEGNAMENTO **LABORATORIO DI SINTESI, ESTRAZIONE E ANALISI DEI FARMACI**

ANNO DI CORSO **IV SEMESTRE 2° CFU 9**

	Cognome Nome	Ruolo
Docente titolare del corso	<b>NISO Mauro</b>	<b>Ricercatore Confermato</b>

e-mail	Telefono	Ubicazione
<b>mauro.niso@uniba.it</b>	<b>0805442727</b>	<b>Stanza 440</b>

**Programma del corso di insegnamento:**

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. 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 miscele secondo Staudinger. Reazioni di identificazione di sostanze riportate in Farmacopea.

Aspetti teorici della cromatografia: meccanismi di separazione e parametri cromatografici (costante di distribuzione, fattore di capacità, selettività, efficienza, risoluzione, capacità. Equazioni e di van Deemter). 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 su strato sottile: tecnica operativa e analisi qualitativa (fattore di ritardo). Gascromatografia: principi teorici, strumentazione, fasi stazionarie. 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 quali-quantitativa in gas-cromatografia. Cromatografia liquida ad elevate prestazioni (HPLC): principi teorici, strumentazione, fasi stazionarie (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. Sintesi assistita da microonde.

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 di acidi carbossilici, sintesi assistita da microonde dell'aspirina. Determinazione quantitativa dell'acido acetilsalicilico in Aspirina® via HPLC

#### **Testi consigliati**

- R. Cozzi, P. Protti, T. Ruaro. **Elementi di analisi chimica strumentale**. Zanichelli Editore.
- O. Bruno, F. Savelli. **Analisi Chimico Farmaceutica**. Piccin-Nuova Libreria.
- V. Cavrini, V. Andrisano. **Principi di Analisi Farmaceutica**. Esculapio Editore.
- G. Lucente, V. Tortorella. **Guida all'analisi dei composti di interesse farmaceutico**. Bulzoni Editore.
- Esposito, Iavarone, Trogolo. **Analisi organica Qualitativa**. Editrice Universitaria di Roma La Goliardica.
- **Un qualunque testo di Chimica Organica**

#### **Tipo di esame**

Solo orale