

CORSO DI LAUREA IN SCIENZE BIOLOGICHE

Chimica Organica- Laboratorio

Esercitazione n°2B

ESTRAZIONE ED ANALISI TLC DI PRINCIPI ATTIVI DA FARMACI ANTIINFIAMMATORI

Scopo dell'esperienza:

1. Estrazione di composti organici d'interesse
2. Separazione di composti organici mediante tecniche cromatografiche di adsorbimento liquido-solido su strato sottile (TLC).

Parte I: Estrazione di principi attivi da farmaci antinfiammatori

Scopo dell'esperienza: estrazione di composti organici d'interesse

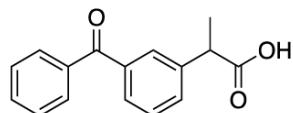
Teoria

Un analgesico, come qualsiasi farmaco, contiene, oltre al principio attivo responsabile dell'effetto terapeutico, una serie di eccipienti che ne consentono la somministrazione in modo idoneo e sicuro.

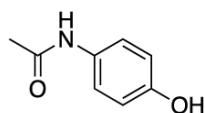
Il principio attivo può essere selettivamente estratto dissolvendolo in una miscela opportuna. Le diverse molecole organiche sono caratterizzate da differente solubilità, funzione delle loro caratteristiche strutturali. Per tale motivo la scelta del solvente estraente è di primaria importanza. Inoltre, l'estrazione può essere assistita da mezzi fisici, quali calore e ultrasuoni.

In base alle modalità attraverso le quali si fanno interagire la matrice da cui è necessario estrarre i composti e il solvente, è possibile distinguere differenti tecniche di estrazione:

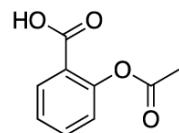
- macerazione: la matrice è posta nel solvente (o nella miscela di solventi) a temperatura ambiente
- infusione: la matrice è posta nel solvente caldo
- decozione: il materiale da estrarre viene fatto bollire insieme con il solvente.



ketoprofene



paracetamolo



acido acetilsalicilico

MATERIALE OCCORRENTE

Da prelevare dal cassetto del laboratorio:

Mortaio e pestello	Imbuti
8 provette da 10 mL	Gommino per pipetta Pasteur

Da prelevare nel corso dell'esperienza su indicazione del docente:

Diclorometano	Metanolo
Carta da filtro	Pipette Pasteur
Miscela di cumarina e acido benzoico	Farmaci

ESECUZIONE

Nel corso dell'esperienza di laboratorio sarà effettuata un'estrazione per macerazione utilizzando come solvente di estrazione una miscela diclorometano/metanolo, che permette l'estrazione selettiva dei principi attivi dei farmaci in questione. I farmaci saranno polverizzati al fine di aumentare la superficie di contatto tra la matrice e il solvente, in modo da migliorare la resa dell'estrazione.

- Polverizzare mediante mortaio e pestello il farmaco (necessario nel caso di farmaci in compresse).
- Trasferire il polverizzato in provetta (fino a coprire solo il fondo della provetta), aggiungere 2 mL di una soluzione diclorometano/metanolo (1/1, v/v) e miscelare.
- Trasferire con un imbuto la soluzione in una provetta, filtrando con il filtro a pieghe. (Ricordarsi di etichettare le provette).

N.B. lavare accuratamente ed asciugare il mortaio, il pestello e la vetreria prima di eseguire la successiva estrazione.

Parte II: Analisi di farmaci analgesici mediante cromatografia su strato sottile

Scopo dell'esperienza: Separazione di composti organici mediante tecniche cromatografiche di adsorbimento liquido-solido su strato sottile (TLC)

MATERIALE OCCORRENTE	
Da prelevare dal cassetto del laboratorio:	
Vaschetta per cromatografia	1 cilindro da 10 mL
Occhiali di protezione	
Da prelevare nel corso dell'esperienza su indicazione del docente:	
Lastre cromatografiche di gel di silice	Capillari per cromatografia
Acetato di etile	Ligroina
Acido acerico	Farmaci
Lampada UV	
A carico dello studente	
Righello	Matita

ESECUZIONE

Separazione di principi attivi di antinfiammatori

- Versare in una camera cromatografica 10 mL del sistema eluente etere di ligroina:acetato di etile:acido acetico 5,5:3,5:1(v/v/v), chiudere e lasciar ambientare.
- Applicare gli estratti precedentemente ottenuti sotto forma di piccoli punti su una riga finemente tracciata a matita a circa 1,0 cm dall'estremità inferiore di una lastrina cromatografica, ponendo al centro l'estratto del farmaco incognito.
- Porre la lastrina nella camera cromatografica. Quando il solvente avrà raggiunto una distanza di circa 1,5 cm dal bordo superiore della lastrina, estrarre, asciugare ed esaminare in luce UV: cerchiare a matita le bande osservate e calcolare i valori di Rf dei vari componenti.
- Identificare il principio attivo del farmaco incognito per confronto con gli Rf dei principi noti. Ragionando sui fattori di ritenzione, indicare il composto più polare e giustificare la polarità facendo riferimento ai gruppi funzionali presenti nella molecola.

Norme di sicurezza

DICLOROMETANO - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Attenzione
Indicazioni di pericolo	H315 Provoca irritazione cutanea. H319 Provoca grave irritazione oculare. H335 Può irritare le vie respiratorie. H336 Può provocare sonnolenza o vertigini. H351 Sospettato di provocare il cancro. H373 Può provocare danni agli organi in caso di esposizione prolungata o ripetuta.
Consigli di prudenza	P261 Evitare di respirare i vapori. P281 Utilizzare il dispositivo di protezione individuale richiesto. P305 + P351 + P338 IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare.
Descrizioni supplementari del rischio	nessuno(a)

METANOLO - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H225 Liquido e vapori facilmente infiammabili. H301 + H311 + H331 Tossico se ingerito, a contatto con la pelle o se inalato H370 Provoca danni agli organi.
Consigli di prudenza	P210 Tenere lontano da fonti di calore, superfici riscaldate, scintille, fiamme e altre fonti di innesco. Vietato fumare. P260 Non respirare la polvere/ i fumi/ i gas/ la nebbia/ i vapori/ gli aerosol. P280 Indossare guanti/ indumenti protettivi. P301 + P310 IN CASO DI INGESTIONE: contattare immediatamente un CENTRO ANTIVELENI o un medico

	P311 Contattare un CENTRO ANTIVELENI o un medico.
Descrizioni supplementari del rischio	nessuno(a)

*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008

ACETATO DI ETILE - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H225 Liquido e vapori facilmente infiammabili. H319 Provoca grave irritazione oculare. H336 Può provocare sonnolenza o vertigini.
Consigli di prudenza	P210 Tenere lontano da fonti di calore/scintille/fiamme libere/superfici riscaldate. - Non fumare. P261 Evitare di respirare la polvere/ i fumi/ i gas/ la nebbia/ i vapori/ gli aerosol. P305 + P351 + P338 IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare
Descrizioni supplementari del rischio	EUH066 L'esposizione ripetuta può provocare secchezza o screpolature della pelle.

*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008