
Metodologie sintetiche ed analitiche
in chimica farmaceutica

Tecniche di lavorazione/separazione
in laboratorio chimico

ESSICCAZIONE
CENTRIFUGAZIONE

ESSICCAZIONE

La tecnica di essiccazione viene utilizzata per rimuovere un liquido da un solido che lo contiene in quantità ridotta (in genere il liquido a cui si riferisce è l'acqua).

ESSICCAMENTO DI COMPOSTI CHIMICI SOLIDI:

- Se il prodotto solido non si decompone a caldo, non è esplosivo, non libera gas tossici → può essere sminuzzato e messo in recipienti larghi e bassi (cristallizzatori) che sono **posti in un forno a 100 °C o più** per far evaporare velocemente H_2O o altro solvente.
- Se il prodotto solido si decompone a caldo, libera gas maleodoranti e/o tossici → può essere messo in **forno chiuso a tenuta d'aria, anche a T inferiori a 100 °C**, all'interno del quale si applica una depressione per far evaporare velocemente il solvente anche a T molto inferiori a 100 °C.



ESSICCAZIONE

La tecnica di essiccazione viene utilizzata per rimuovere di un liquido da un solido che lo contiene in quantità ridotta

ESSICCAMENTO DI COMPOSTI CHIMICI SOLIDI:

- Se il solido deve essere asciugato a **T ambiente**

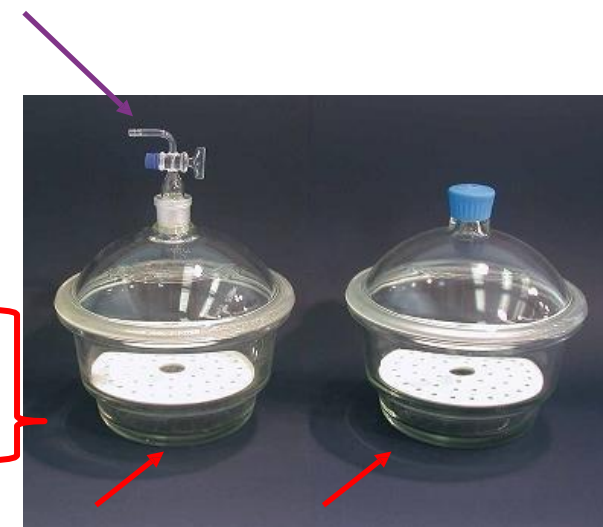


Si inserisce il composto da essiccare in un cristallizzatore che vien posto in un **essiccatore**

Nella parte inferiore dell'essiccatore si mette una sostanza con forti proprietà essiccanti che tolga le tracce di umidità e mantenga il prodotto asciutto.

Es. di essiccanti molto efficaci: Na_2SO_4 , CaSO_4 (drierite), CaCl_2 , Na_2CO_3

Si può velocizzare di moltissimo l'essiccazione se si applica all'interno dell'essiccatore una depressione con una pompa meccanica aspirante: **l'essiccatore deve possedere un rubinetto**



ESSICCAZIONE

Depressione per velocizzare l'essiccazione

Un liquido bolle quando la sua tensione di vapore è uguale alla pressione esterna (di solito 1 atm = 760 mm Hg).



Si introduce all'interno di un **essiccatore** il solido bagnato e si aspira l'aria attraverso il rubinetto per mezzo di una pompa aspirante meccanica.

Quando la P dentro al recipiente = alla tensione di vapore del solvente presente nel solido, questo evapora molto velocemente.



ESSICCAZIONE

Agenti essiccanti

Le specie essiccanti sono sostanze igroscopiche in grado di assorbire acqua dall'ambiente circostante o da un'altra sostanza chimica, ad es. fissando il vapore acqueo per adsorbimento superficiale oppure trasformandosi in idrati

Agli agenti essiccanti possono essere aggiunti degli **indicatori di umidità** che cambia colore a seconda del grado di saturazione

Queste sostanze, oltre a una elevata capacità di assorbire acqua devono avere:

- ✓ **elevata temperatura di decomposizione**
- ✓ **non essere corrosivi per il sistema**
- ✓ **possedere inerzia chimica**
- ✓ **essere economici e possibilmente di lunga durata**

ESSICCAZIONE

Agenti essiccanti

✓ Silice con indicatore arancione (sali ferrosi):

Vira verso il verde man mano che assorbe umidità. In questo caso il gel di silice viene riscaldato in stufa a 120°C per qualche ora **per rigenerarlo**. Si usa soprattutto negli essiccatori.



✓ Calcio cloruro granulare:

Questo sale è migliore del gel di silice come agente essiccante. A 25°C e 70% di umidità relativa, il calcio cloruro assorbe 7 volte la quantità di acqua assorbita dal gel di silice, ma **non è rigenerabile**. Si usa per essiccatori e tubi essiccanti per gas.



CENTRIFUGAZIONE



CENTRIFUGAZIONE = sedimentazione per forza centrifuga

E' una delle principali metodologie separative utilizzate dell'indagine biochimica insieme alla dialisi, alla filtrazione, alla cromatografia o alla elettroforesi

- ✓ Permette la separazione meccanica di materiali solidi in un mezzo liquido
- ✓ Si usa quando la sedimentazione per gravità è un processo lento o/e il solido ha granulometria molto fine e resta in sospensione.



La miscela soluto-solvente viene introdotta **in contenitori di vetro o di plastica** (provette col fondo conico) che vengono alloggiati in specifici rotori **all'interno di una centrifuga meccanica.**



CENTRIFUGAZIONE



CENTRIFUGAZIONE = sedimentazione per forza centrifuga

- La sedimentazione delle particelle **dipende** da diverse caratteristiche, quali la massa, densità, dimensione e forma
- La velocità di sedimentazione di una particella dipende dal campo centrifugo **G** applicato radialmente verso l'esterno, che è funzione del quadrato della velocità angolare del rotore (**ω** , in rad s⁻¹) e della distanza **r** (cm) della particella dal centro di rotazione.

$$G = \omega^2 r$$

$$v = \frac{2(\rho_p - \rho_m)R^2\omega^2r}{9\eta}$$

Dove ω è = $2\pi * \text{rpm}/60$



rpm (rounds per minute/rivoluzioni al minuto);
PARAMETRO DA IMPOSTARE

CENTRIFUGAZIONE



CENTRIFUGAZIONE = sedimentazione per forza centrifuga

$$G = \omega^2 r$$

Dove ω è $= 2\pi * \text{rpm} / 60$



(Campo centrifugo espresso in rpm) $G = \frac{4\pi^2 * (\text{rpm})^2}{3600} * r$

Parametri caratterizzanti

Oltre che in rpm, il campo centrifugo può essere espresso come multiplo del campo gravitazionale terrestre ($g = 980 \text{ cm/s}^2$)

= campo centrifugo relativo (RCF)

$$\text{RCF} = \frac{4\pi^2 * (\text{rpm})^2}{3600 * 980} * r = 1.118 \times 10^{-5} (\text{rpm})^2 * r$$

CENTRIFUGAZIONE

La **velocità di sedimentazione** di una particella può essere espressa in multipli di campo centrifugo applicato, generando il coefficiente di sedimentazione (**s**) espresso in secondi

$$v = \frac{2(\rho_p - \rho_m)R^2\omega^2r}{9\eta}$$

$$v = s \cdot \omega^2 r$$

Coefficiente di sedimentazione (s): **tendenza di una particella a sedimentare**; dipende dalla temperatura, dalla densità, dalla viscosità della soluzione e dalla forma e massa della particella

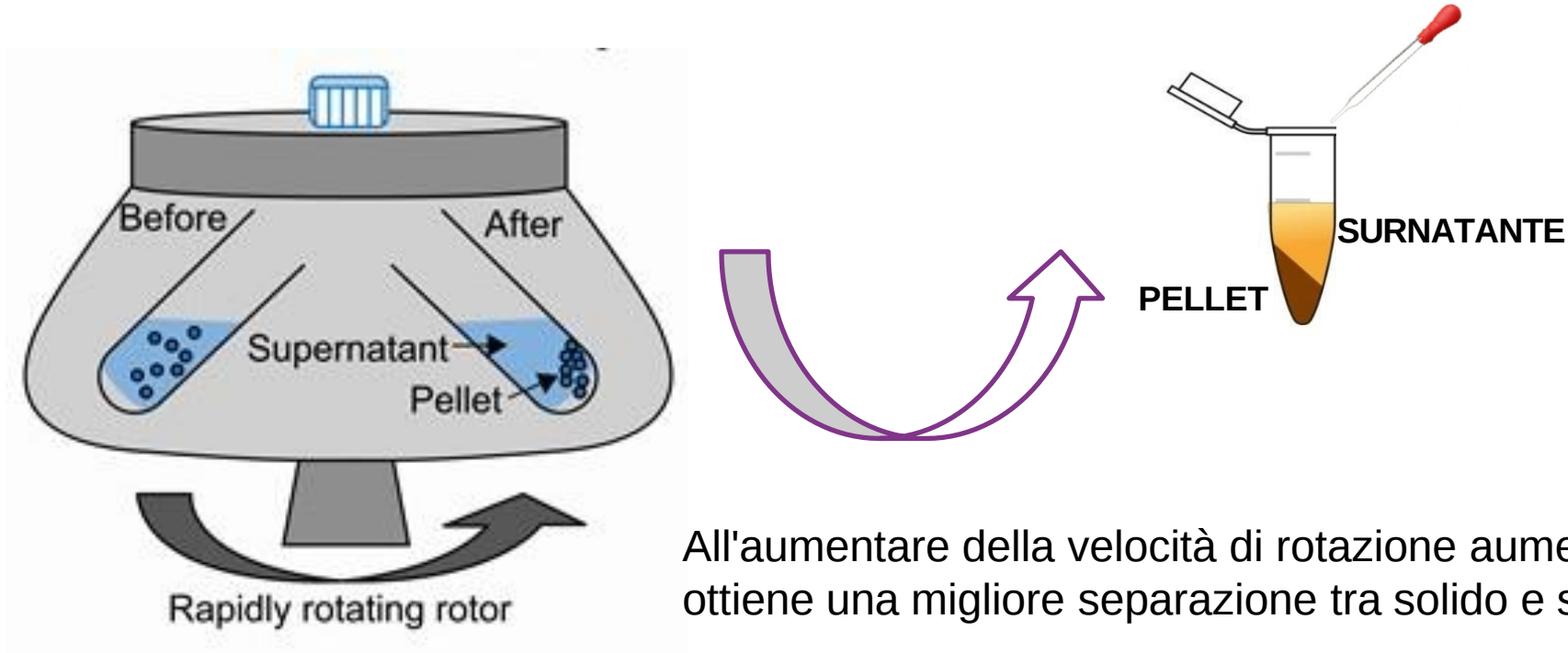
In condizioni standard (H₂O a 20°C) il **coefficiente di sedimentazione standard (s_{20,w})** è espresso in **Svedberg** (1 unità = 10⁻¹³ secondi)

Protein	S value (Svedberg units)	Molecular weight
Pancreatic trypsin inhibitor	1	6,520
Cytochrome c	1.83	12,310
Ribonuclease A	1.78	13,690
Myoglobin	1.97	17,800
Trypsin	2.5	23,200
Carbonic anhydrase	3.23	28,800
Concanavlin A	3.8	51,260
Malate dehydrogenase	5.76	74,900
Lactate dehydrogenase	7.54	146,200

CENTRIFUGAZIONE

A seguito della centrifugazione, la parte più densa della miscela si deposita sul fondo della provetta, mentre la parte meno densa (es. il liquido) rimane al di sopra (**surnatante**).

Il liquido sovrastante viene poi aspirato tramite Pasteur

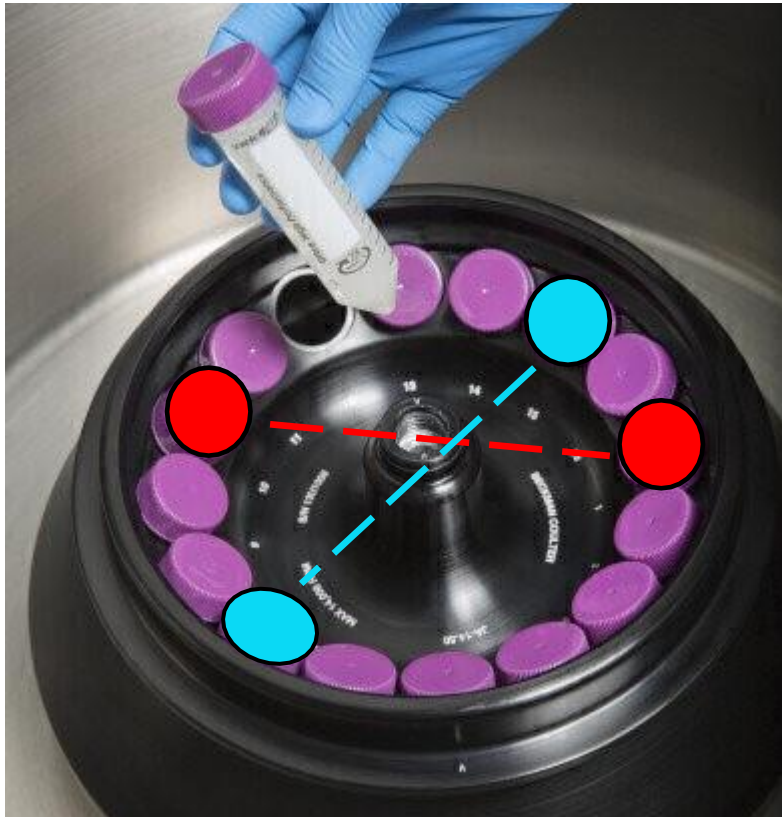


All'aumentare della velocità di rotazione aumenta la forza centrifuga e si ottiene una migliore separazione tra solido e soluzione

CENTRIFUGAZIONE

N.B

Bisogna sempre “bilanciare le provette”, cioè i pesi degli alloggi in posizione diametralmente opposta devono essere identici.



Alloggio con provetta vuota



Alloggio con provetta contenente la miscela

- Un corretto bilanciamento migliora la separazione dei campione e prolunga la durata della centrifuga.
- **Centrifugare senza bilanciare correttamente può causare la rottura delle provette e/o danni all'unità**
- Bilanciare sempre il carico: mettere provette di peso uguale una di fronte all'altra.
- Se si ha la necessità di centrifugare solo una provetta, è necessario utilizzarne un'altra piena di liquido simile (o acqua) per bilanciare il rotore.