

INDICE GENERALE

Capitolo I - CONSIDERAZIONI INTRODUTTIVE

Caratteri.....	1
Analisi elementare.....	1
Solubilità.....	2
Reazioni di riconoscimento.....	2
Costanti fisiche.....	2
Spettrofotometria UV-visibile.....	4
Spettroscopia infrarossa (IR).....	5
Tecniche estrattive e separative.....	6
Tecniche cromatografiche.....	6
Tecniche combinate.....	9
Bibliografia.....	9

Capitolo II - CARATTERI

Stato fisico.....	11
Forze intermolecolari.....	12
1. Forze di Van der Waals.....	13
2. Legame idrogeno.....	15
3. Interazioni ioni-molecole.....	16
Colore.....	17
Odore.....	22
Bibliografia.....	24

Capitolo III - SOLUBILITÀ

Processo di dissoluzione.....	26
Solventi.....	27
1. Polarità.....	27
2. Legame idrogeno.....	30
3. Potere dissociante.....	31
Relazioni struttura-solubilità.....	33
1. Solubilità e forze intermolecolari.....	33
2. Solubilità e carattere acido-basico.....	38
Saggi di solubilità.....	43
Bibliografia.....	46

Capitolo IV - COSTANTI FISICHE

Punto di ebollizione.....	47
Punto di fusione.....	50
Densità	57
Rifratometria.....	61
Polarimetria.....	64
Bibliografia.....	71

Capitolo V - ANALISI ELEMENTARE - DERIVATIZZAZIONE CHIMICA

Saggio della combustione	73
Analisi elementare qualitativa.....	74
Analisi elementare quantitativa	77
Reazioni cromogeniche.....	78
Sostanze fluorescenti	82
A) Sostanze con fluorescenza propria.....	83
B) Sostanze fluorescenti dopo reazione chimica	85
Bibliografia.....	87

Capitolo VI - ANALISI DEI GRUPPI FUNZIONALI

Introduzione.....	89
Gruppi alifatici, olefinici ed aromatici	90
Composti ossidrilici.....	93
Alcoli	95
Fenoli	96
Eteri	98
Composti carbonilici.....	99
Aldeidi e chetoni	102
Metileni attivati.....	104
Acidi carbossilici e derivati	105
Acidi carbossilici	105
Esteri	107
Ammine.....	107
Metodi generali	108
Gruppo amminico primario.....	109
Gruppo amminico secondario	112
Gruppo amminico terziario	113
Guanidine.....	113
Ammidi	113
Nitroderivati.....	114
Funzioni solforate	115
Bibliografia.....	118

Capitolo VII - SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO MOLECOLARE

Introduzione.....	119
Assorbimento delle radiazioni. Aspetti generali.....	120
Legge di Lambert-Beer	122
Strumentazione.....	123
SPETTROSCOPIA IR	126
Modello classico	126
Modello quantistico	127
Frequenze di gruppo.....	129
Molecole poliatomiche	131
Interpretazione dello spettro IR.....	132
Strumentazione.....	144
Preparazione del campione e registrazione dello spettro	144
Applicazioni.....	146
Bibliografia.....	147
TABELLE DELLE BANDE DI ASSORBIMENTO IR	148

Capitolo VIII - SPETTROSCOPIA UV-VISIBILE

1. Registrazione dello spettro UV-visibile.....	168
2. Strumentazione	170
3. Spettroscopia UV in derivata.....	171
4. Spettro UV e struttura.....	173
Insaturazione carbonio-carbonio	174
Carbonile.....	175
Sistema benzenico	176
Derivati naftalenici	179
Fenotiazine	179
Barbiturici	180
Sulfamidici	180
Benzodiazepine	181
Antibiotici β -lattamici	182
Tetracicline.....	183
Bibliografia.....	184

Capitolo IX - LA SPETTROMETRIA DI MASSA

Introduzione.....	185
Lo sviluppo applicativo della spettrometria di massa	185
La strumentazione	187
Il sistema di iniezione	187
La sorgente.....	188
L'analizzatore	194
Il rivelatore.....	202
Interpretazione degli spettri di massa	203
L'abbondanza isotopica	203

Regola dell'azoto	205
Spettri di massa ottenuti con sorgenti "soft"	205
Spettri di massa ottenuti con sorgenti "hard"	207
Spettri di massa ottenuti con sorgenti "soft" e analizzatore di massa in modalità massa-massa.....	210
Applicazioni della spettrometria di massa in analisi farmaceutica	211
Bibliografia.....	213

Capitolo X - TECNICHE CROMATOGRAFICHE

Introduzione.....	215
Cenni storici.....	215
Il sistema cromatografico.....	216
Il processo cromatografico.....	219
Coefficiente di distribuzione	220
Teoria dei piatti.....	222
Efficienza di una colonna cromatografica	223
Risoluzione	225
Allargamento della zona cromatografica – Effetti cinetici.....	227
Effetto della temperatura	232
Simmetria dei picchi	234
Isotherme di distribuzione.....	235
Capacità.....	236
Eluizione a gradiente in cromatografia liquida.....	237
Rumore di fondo e deriva	237
Analisi qualitativa in cromatografia.....	239
Analisi quantitativa in cromatografia.....	242
Bibliografia.....	245

Capitolo XI - CROMATOGRAFIA LIQUIDA

Introduzione.....	247
Fasi stazionarie	247
Fasi Mobili	250
Metodi e meccanismi cromatografici	253
Cromatografia liquido solido	253
Cromatografia liquido-liquido (LLC).....	255
Cromatografia di coppia ionica	259
Cromatografia di scambio ionico.....	262
Cromatografia di esclusione molecolare	264
Strumentazione.....	266
Componenti di un sistema HPLC	267
Cromatografia su strato sottile.....	275
Sviluppo cromatografico.....	276
Rivelazione	277
Applicazioni.....	278

Cromatografia liquida preparativa.....	279
Bibliografia.....	284

Capitolo XII - GAS CROMATOGRAFIA

Introduzione.....	285
Descrizione del processo cromatografico	286
Colonna.....	287
Fase stazionaria	288
Fase mobile gas di trasporto (Carrier)	289
Introduzione del campione	289
Rivelatori.....	290
Reazioni di derivatizzazione	293
Gas cromatografia ad alta velocità.....	294
Gas cromatografia enantioselettiva	296
Tecniche di gas cromatografia multidimensionale.....	297
Il campionamento dello spazio di testa.....	300
Bibliografia.....	302

Capitolo XIII - SEPARAZIONE CROMATOGRAFICA ENANTIOSELETTIVA

Conseguenze della chiralità.....	303
Separazione cromatografica di enantiomeri.....	306
Metodo indiretto	306
Metodo diretto.....	308
Classi di fasi stazionarie chirali	310
Prospettive	315
Bibliografia.....	318

Capitolo XIV - TECNICHE COMBinate

Introduzione.....	319
Cromatografia liquida e rivelatore UV-VIS a fotodiodi (HPLC-DAD).....	320
Cromatografia liquida e rivelatore fluorimetrico (HPLC-MSFD)	322
I sistemi GC-MS e HPCL-MS	324
Gas cromatografia-spettrometria di massa (GC-MS)	324
Cromatografia liquida e spettrometria di massa (LC/MS)	328
Dicroismo circolare come sistema di rivelazione in HPLC enantioselettiva.....	338
Luce polarizzata e strumentazione	338
Tecnica combinata HPLC/CD ed applicazioni.....	342
Bibliografia.....	345

Capitolo XV - ELETTROFORESI CAPILLARE

Generalità sullo sviluppo della tecnica	347
---	-----

Strumentazione in elettroforesi capillare.....	348
Capillare	348
Compartimenti per il tampone e il generatore.....	349
Caricamento del campione (iniezione).....	349
Rivelatore.....	351
Principi teorici	352
Mobilità elettroforetica.....	352
Flusso elettro-osmotico (electro-osmotic flow; EOF)	354
Parametri analitici.....	360
Migrazione elettroforetica.....	360
Area corretta del picco.....	361
Efficienza	362
Variabili che influenzano l'efficienza	363
Modalità di separazione in CE.....	366
Elettroforesi capillare zonale (CZE).....	366
Cromatografia Elettrocinetica Micellare (MEKC).....	367
Cromatografia elettrocinetica con microemulsione (MEEKC).....	370
Applicazioni.....	372
Applicazioni in campo farmaceutico	373
Bibliografia.....	378

Capitolo XVI - PREPARAZIONE DEL CAMPIONE - METODI ESTRATTIVI

Introduzione.....	379
Sviluppo di un metodo	380
Principi del processo estrattivi	382
Estrazione e stabilità dei farmaci.....	387
Tecniche estrattive.....	394
Estrazione liquido-solido.....	394
Estrazione semplice con solvente	394
Estrazione con Soxhlet	395
Estrazione con microonde (Microwave-Assisted Extraction; MAE)	395
Estrazione con fluido supercritico (Supercritical Fluid Extraction; SFE).....	400
Estrazione liquido-liquido	404
Estrazione singola.....	404
Estrazione multipla	405
Estrazione mediante formazione di coppie ioniche	406
Aspetti sperimentali e applicativi	406
Estrazione in fase solida	409
Introduzione	409
Adsorbenti classici	410
Interazioni secondarie in SPE	412
Adsorbenti di recente sviluppo.....	413
Aspetti sperimentali ed applicativi.....	415
Microestrazione in fase solida (Solid Phase microextraction; SPME).....	423
Dispositivo per estrazione SPME	423

Aspetti teorici della estrazione SPME.....	424
Aspetti pratici del processo SPME.....	426
Scelta della modalità di estrazione	429
Determinazione del tempo di estrazione	429
Ottimizzazione di altre condizioni di estrazione.....	430
Scelta della tecnica di separazione	430
Applicazioni in analisi farmaceutica	432
Bibliografia.....	434

Capitolo XVII - PROFILO ANALITICO DI ALCUNE CLASSI DI FARMACI

Alcaloidi.....	435
Struttura.....	436
Solubilità degli alcaloidi	438
Reattivi generali.....	439
Spettroscopia UV.....	440
Metodi cromatografici	440
Estrazione degli alcaloidi	441
Carboidrati	442
Monosaccaridi	442
Oligosaccaridi	443
Polisaccaridi	443
Amminozuccheri	444
Eterosidi (Glicosidi).....	445
Essenze (Oli essenziali)	452
Proprietà fisiche.....	452
Composizione chimica	453
Analisi delle essenze	457
Steroidi.....	459
Struttura.....	459
Solubilità	460
Spettro UV	461
Spettroscopia IR.....	461
Attività ottica	461
Reattività chimica.....	461
Analisi cromatografica.....	463
Barbiturici	464
Antibiotici β -lattamici	466
Benzodiazepine.....	469
Bibliografia.....	472

Capitolo XVIII - RICONOSCIMENTO DEI COMPOSTI ISCRITTI NELLA FARMACOPEA UFFICIALE

REAZIONI GENERALI DI RICONOSCIMENTO	473
PROCEDIMENTO DI IDENTIFICAZIONE DEI COMPOSTI	486

Sostanze liquide.....	486
Composti solidi inorganici	488
Composti inorganici non colorati	488
Composti inorganici colorati.....	490
Composti solidi organometallici.....	491
Composti non colorati	491
Composti colorati	495
Composti solidi organici.....	496
Composti contenenti C, H, (O).....	497
Composti contenenti C, H, (O), e alogeni	500
Composti contenenti C, H, (O), S.....	501
Composti contenenti C, H, (O), N.....	501
Composti contenenti C, H, (O), N, S.....	511
Cromatografia su strato sottile.....	415
Bibliografia.....	416
INDICE ANALITICO.....	517