

Identificació i caracterització de substàncies

30 hores

Miquel Benaijes Mas
MP7» Operacions Bàsiques del Laboratori
Tècnic Auxiliar de farmàcia i parafarmàcia

Identificació vs caracterització de substàncies

Tècniques d'identificació → Tècniques que tenen l'objectiu de detectar la presència d'una substància X, en un producte

- T. qualitativa → Establir la presència d'una determinada substància (SI/NO)

Tècniques de caracterització → Quantifiquen determinades propietats, per veure si els valors resultants es troben dins els marges permesos

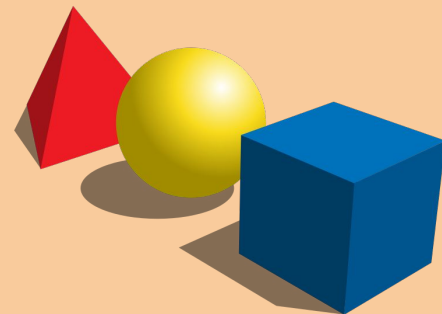
- T. quantitativa → Determinar la quantitat d'una determinada substància
- Perfecte per al control d'impureses de matèries primas
- Continguts de principis actius en una fórmula magistral
- Control de qualitat



Propietats generals i propietats característiques

Hi ha dos tipus de propietats que es calen diferenciar, ja que solament una és útil per les T. d' identificació i caracterització de substàncies

- Propietats generals
 - Propietats característiques del producte concret que tenim → Pes / Volum / Temperatura
 - Permet descriure el producte, no caracteritzar-lo ni identificar-lo
 - No ens permet saber quina substància és
- Propietats característiques
 - Propietats constants i pròpies de la substància, en unes determinades condicions
 - Substàncies en condicions estàndards → 20°C / 1 atm
 - Aquesta info ens permet identificar i caracteritzar les substàncies



Procediments quotidians en els laboratoris

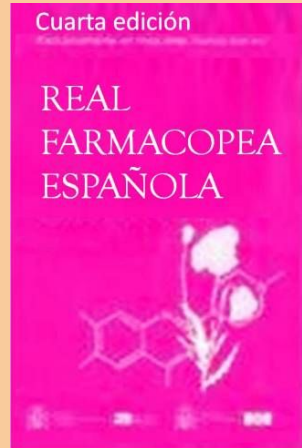
Les Farmacopees

Les oficines de farmàcia treballen amb fórmules magistrals i és important complir amb els diferents valors de referència, aquest valors els trobem a les famracopees

Farmacopees → Són codis d'especificacions que han de satisfer els medicaments i les matèries primeres amb els que s'elaboren

- Són textos de categoria legal → Àmbits d'aplicació territorial (america, espanya, França, etc)
- La Farmacopea espanyola es equiparable a l'europea

https://www.aemps.gob.es/informa/notasinformativas/laaemps/2015/ni-aemps_1-2015-rfe-fn/?lang=ca



La Reial Farmacopea Espanyola (RFE)

Organitzada en dos grans blocs de continguts

1. Capítols generals de la RFE
 - a. Mètodes analítics:
 - i. Mètodes físics i fisicoquímics → Quantificar valors
 - ii. Reaccions d'identificació → Reaccions químiques vàlides per identificar la presència de X substàncies
 - iii. Assajos límit per a impureses inorgàniques → assajos que determinen la quantitat d'impureses
 - iv. Índex i mètodes de valoració → Marges de valors de substàncies així com mètodes per valorar-ne la presència o no
 - b. Reactius, dissolvents de referència i substàncies de referència
 - i. Reactius → Si reacciona es que hi ha una determinada substància
 - ii. Dissolvents i substàncies de referència → substàncies amb propietats de referència conegudes i estables, molt útils per calibrar i verificar aparells

La Reial Farmacopea Espanyola (RFE) 2

2. Monografies de la RFE

- a. Monografies de matèries primeres → Informació detallada de les substàncies que formen les fórmules magistrals
 - i. Nom, definició i característiques → Descripció de la S. i valors de referencia sobre les seves propietats
 - ii. Identificació → Info detallada de com identificar-la per mètodes analítics
 - iii. Assajos → Info detallada de com aplicar els controls de qualitat a través de mètodes analítics
 - iv. Valoració → Determinar el valor dels components de la S. gràcies a mètodes analítics
- b. Monografies de formes farmacèutiques → Concreten les característiques i els requisits de qualitat de cada forma farmacèutica → Control del producte acabat
 - i. Requisits de producció, conservació i etiquetatge
 - ii. Publicació d'assajos i resultats esperables per fer-ho de forma correcta

Identificació i Caracterització al laboratori de farmàcia

- La RFE és la documentació de referència per saber quins mètodes s'han d'aplicar i com interpretar-ne els resultats
- És necessari iniciar un procés de verificació segons lo descrit a la RFE quan treballem amb una matèria primera
- No és molt habitual fer-ho a la farmàcia, els laboratoris ja fan els controls pertinents
- Les pautes a seguir per verificar lo descrit a la RFE, es fa mitjançant PNT que corresponguin a cada cas



Activitat 1

1. Explica que són les propietats característiques d'una substància i quines aplicacions pot tenir el seu mesurament. Esmenta 3 d'aquestes propietats
2. Digues què són les condicions estandard o normals i com es relacionen amb les propietats característiques
3. Defineix reactiu i substància de referència
4. Quan volem elaborar una fórmula magistral, quina informació sobre les matèries primeres hem de buscar? On la trobarem? És obligatori que les matèries primeres que utilitzem compleixin tots aquests requisits

La identificació de substàncies

Identificar les substàncies mesurant algunes de les seves propietats característiques, gràcies a a procediments d'operacions bàsiques del laboratori

Principals propietats característiques de les substàncies (a estudiar):

- Punts de fusió
- Densitat
- Viscositat
- Índex de refracció
- Absorbància i l'espectre d'absorció



1. Punt de fusió i ebullició (1)

Fusió? → Temperatura per la qual una substància passa d'estat sòlid a líquid

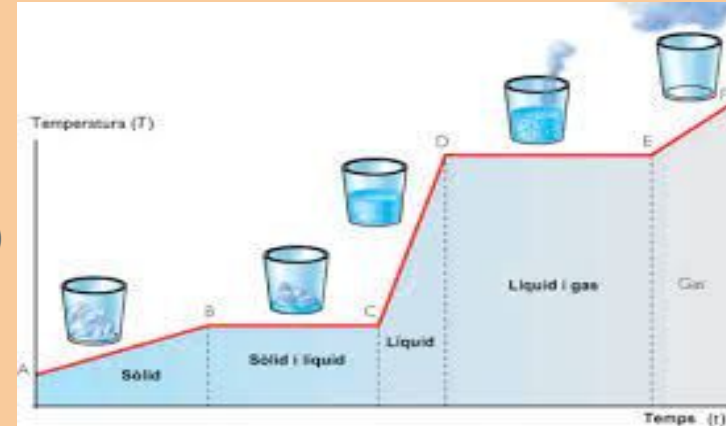
Ebullició → Temperatura a la qual una substància passa de líquid a gas

Actualment tenim contabilitzats tots aquest punts de fusió i ebullició de totes les substàncies conegudes del món (artificials i naturals)

Aplicacions dels punts de fusió i ebullició:

- Identificació de substància
- Purificació de substàncies → Una substància pura es fon en un interval de temps i temperatura ràpid, si té impureses tindrà un interval més ampli de temps i temperatura

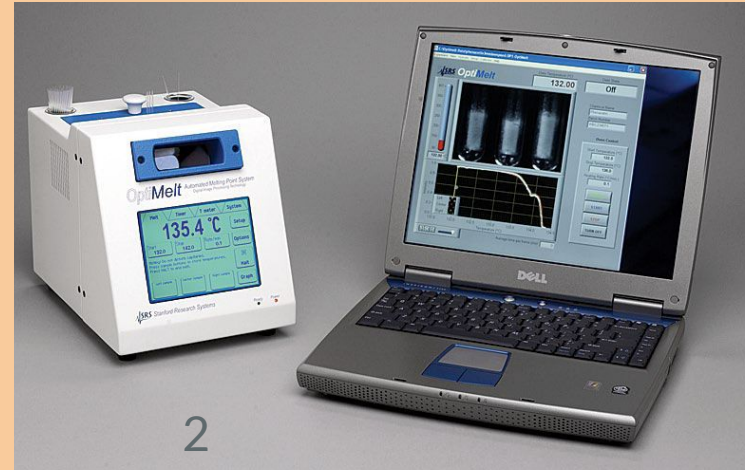
Com mesurar el punt d'ebullició → Mitjançant una destil·lació simple



1.1. Punt de fusió i ebullició

Mesurament de punts de fusió

- Tub de Thiele (1)
- Bloc de fusió (2)
- Equip de fusió (3)



2. La densitat

$$\text{Densidad} = \frac{\text{Masa}}{\text{Volumen}} = \frac{M}{V}$$

Que és? → És M/V , és a dir correspon a la quantitat de massa que ocupa un volum

- Unitats → g/ml... kg/m³...
- Les densitats de totes les substàncies naturals o artificials, estan calculades a temperatura (T) i pressió (P) estàndard

La densitat varia quan varien les condicions de T i P

- Sòlids → Varien molt poc
- Líquids → Varien poc, però prou com per ser considerat en el laboratori
- Gasos → Varien molt



Flotabilitat → Quan una substància flota per sobre una altre al tenir una densitat menor

2.2 La densitat

$$\rho_r = \frac{\rho}{\rho_0}$$

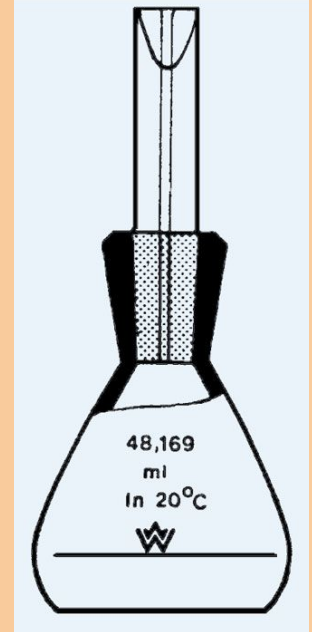
Densitat relativa → És la relació entre la densitat absoluta d'una substància X entre la densitat absoluta d'una substància que es prengui com a referència.

- Generalment l'aigua és la densitat referent ja que $D = 1 \text{ g/ml}$
- $D > 1$ → La substància X s'enfonsa
- $D < 1$ → La substància X flota

Com mesurem la densitat?

- Picnometre → Permet calcular la densitat de líquids i sòlids

<https://www.youtube.com/watch?v=CiC6zzeklzw>



3. La viscositat

Que és? → És una mesura de la resistència a fluir dels líquids. Com més viscosa una substància, més lentament fluirà

Tipus de viscositat

- Viscositat absoluta o dinàmica o coeficient de viscositat → Resistència per fluir expressada en unitats de pressió per temps ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)
- Viscositat cinemàtica → Relacionar la viscositat absoluta d'un líquid amb la seva densitat, s'expressa en unitats de superfície per temps ($\text{m}^2\cdot\text{s}$)

Viscosímetre → Aparell per mesurar la densitat

<https://www.youtube.com/watch?v=I0aYfmbGmSA>



4. Índex de Refracció

Refracció → És un canvi de direcció d'un raig de llum (o d'un altre tipus de radiació) que passa quan el raig passa obliquament d'un mitjà a un altre de diferent densitat

- El índex de refracció és un valor característic de cada substància, gràcies això podem identificar-les o bé diferenciar-les de altres

Índex de refracció (n) → Quantifica la capacitat d'una substància de refractar la llum, és a dir, reduir la velocitat de propagació de la llum a través d'una determinada substància

- Dependrà de la temperatura de la substància i de la longitud d'ona de la radiació
- Totes les substàncies naturals i artificials estan ja registrades
- Als laboratoris de farmàcia s'utilitza en l'anàlisi de dissolucions

Refractometres → Aparell per mesurar l'índex de refracció

<https://www.youtube.com/watch?v=aMVqPfj4oOo>



5. L'absorbància i l'espectre d'absorció

La llum és una radiació electromagnètica, com els rajos X, els microones o inclus les ones FM i AM de la ràdio

Quan una substància rep radiacions electromagnètiques pot absorbir-ne una part, en altres paraules, hi ha radiacions que no poden travessar-la, aquesta característica la fa única i ens permet identificar-la

- Absorbància → Mesura que relaciona la intensitat de la llum (d'una determinada longitud d'ona) amb la intensitat de llum que travessa la mostra (NO té unitats)
- Espectre d'absorció → Element característic de cada substància. És el resultat de passar un feix de llum blanca que va des de el focus fins el prisma, passant per la mostra X i només es veuen els espectres de les ones no absorbides

Tècniques espectrofotomètriques → Conjunt de tècniques analítiques d'espectres

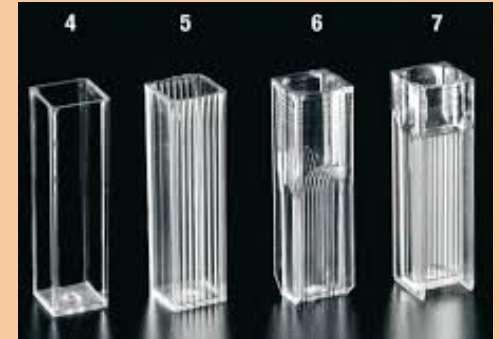
5.2. Espectrofotometria UV-visible

Tècnica espectrofotomètrica on es projecten un feix de llum monocromàtica a través d'una mostra en dissolució
→ Mesurem la quantitat de llum absorbida

Utilització :

- Determinar quantitativament ions metàl·lics i compostos orgànics sobretot en el cas de concentracions molt baixes
- En el món farmacèutic com a purificació de dissolucions

Funcionament → <https://www.youtube.com/watch?v=V2sFdOixel4>

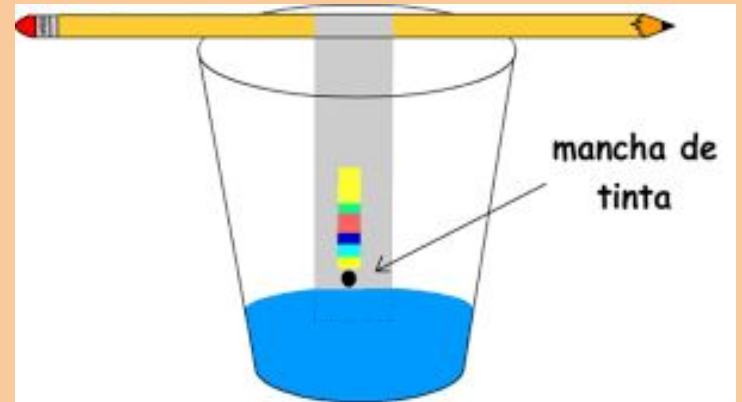
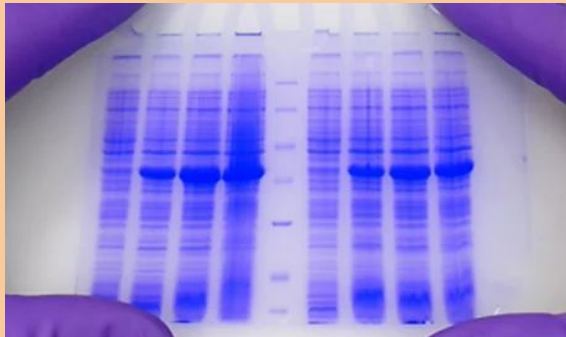


Caracterització de les mescles

En els laboratoris tenim accés a tot tipus de substàncies. Sovint utilitzem tècniques d'identificació per determinar la presència d'una substància o no en una mescla. No obstant, a vegades ens interessa més, caracteritzar-la per tal de saber quines són les substàncies que formen una mescla X i les seves proporcions

Processos més habituals → Electroforesis

→ Cromatografies



1. Electroforesi

Que és? → Tècniques de separació de mescles per a la seva caracterització que es basen en la diferencia de mobilitat en un camp elèctric de les molècules que les formen

Com funciona?

Consisteix en aplicar una quantitat petita de mostra en un suport i aplicar un camp elèctric. Les diferents partícules que formen la nostra mostra migraran a velocitats diferents depenent de les seves propietats fisicoquímiques

Finalment observarem les diferents substàncies que formen la mostra

OJO → És indispensable que totes les partícules tinguin la mateixa càrrega, així es desplacen cap al mateix pol magnètic

Molt útil pel tema de controls de qualitat

2. Cromatografia

Què és? → Són tècniques de separació de mescles per a la seva caracterització que es basen en la diferent interacció amb una substància de les molècules que la formen

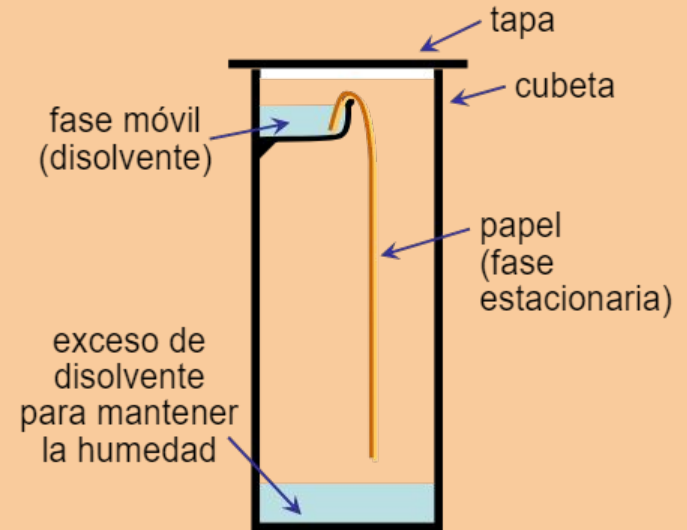
Per què ho fem servir ?

- Identificar substàncies
- Concentració de components d'una mescla
- Controls de qualitat

<https://www.youtube.com/watch?v=mwP7IY4UGVw>

Hi ha dos tipus de cromatografies:

- C. en paper → Fase estacionària és el propi paper
- C. en capa fina → Fase estacionària és una làmina de vidre, metall o plàstic recobert de gel



Activitat 2 (fotos del grup de whasab)