



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PALERMO

DIPARTIMENTO	Scienze e Tecnologie Biologiche, Chimiche e Farmaceutiche
ANNO ACCADEMICO OFFERTA	2020/2021
ANNO ACCADEMICO EROGAZIONE	2022/2023
CORSO DILAUREA MAGISTRALE A CICLO UNICO	FARMACIA
INSEGNAMENTO	ANALISI DEI MEDICINALI 2
TIPO DI ATTIVITA'	B
AMBITO	50323-Discipline Chimiche, Farmaceutiche e Tecnologiche
CODICE INSEGNAMENTO	01215
SETTORI SCIENTIFICO-DISCIPLINARI	CHIM/08
DOCENTE RESPONSABILE	RAIMONDI MARIA Professore Associato Univ. di PALERMO VALERIA CASCIOFERRO STELLA Professore Associato Univ. di PALERMO MARIA
ALTRI DOCENTI	
CFU	10
NUMERO DI ORE RISERVATE ALLO STUDIO PERSONALE	156
NUMERO DI ORE RISERVATE ALLA DIDATTICA ASSISTITA	94
PROPEDEUTICITA'	09065 - ANALISI DEI MEDICINALI I 01799 - CHIMICA ANALITICA
MUTUAZIONI	
ANNO DI CORSO	3
PERIODO DELLE LEZIONI	1° semestre
MODALITA' DI FREQUENZA	Obbligatoria
TIPO DI VALUTAZIONE	Voto in trentesimi
ORARIO DI RICEVIMENTO DEGLI STUDENTI	CASCIOFERRO STELLA MARIA Lunedì 12:30 14:30 Ufficio del docente Mercoledì 12:30 14:30 Ufficio del docente RAIMONDI MARIA VALERIA Giovedì 12:00 13:30 Studio docente (Via Archirafi, 32 - scala A - piano 3) Venerdì 12:00 13:30 Studio docente (Via Archirafi, 32 - scala A - piano 3)

PREREQUISITI	Al fine di poter comprendere proficuamente i contenuti del corso, lo studente deve conoscere i concetti di base di chimica generale e chimica organica. In particolare, è richiesta la conoscenza degli argomenti che riguardano gli equilibri in soluzione, i più comuni gruppi funzionali organici e le principali reazioni organiche. Sono inoltre necessarie conoscenze di base di matematica per comprendere ed eseguire i calcoli connessi con le determinazioni analitiche sviluppate durante il corso.
RISULTATI DI APPRENDIMENTO ATTESI	<p>Conoscenza e capacità di comprensione</p> <p>Acquisizione dei metodi e degli strumenti utili ad effettuare un'analisi quantitativa di un farmaco allo scopo di verificarne il suo grado di purezza ed il suo titolo. Capacità di utilizzare il linguaggio specifico della disciplina.</p> <p>Capacità di applicare conoscenza e comprensione</p> <p>Capacità di riconoscere ed applicare in autonomia le tecniche quantitative necessarie per lo sviluppo di un piano analitico che comprenda la valutazione della sequenza e dei metodi migliori da utilizzare per il completamento dell'analisi.</p> <p>Autonomia di giudizio</p> <p>Capacità, sulla base dei risultati sperimentali ottenuti, di interpretare le informazioni ottenute, calcolare i risultati e valutare l'attendibilità di tutti i dati.</p> <p>Abilità comunicative</p> <p>Capacità di esporre i risultati dell'informazione ricavata e dei risultati in una relazione chiara, esauriente e significativa che descriva il problema in modo accessibile anche ad un pubblico non esperto.</p> <p>Capacità d'apprendimento</p> <p>Capacità di aggiornare ed ampliare le proprie conoscenze attraverso la consultazione di pubblicazioni scientifiche proprie del settore analitico-farmaceutico. Capacità di seguire, sulla base delle conoscenze acquisite durante il corso, seminari specialistici, corsi di approfondimento e master nel settore.</p>
VALUTAZIONE DELL'APPRENDIMENTO	<p>Le modalità di verifica dell'apprendimento prevedono una prova in itinere sul programma svolto durante le prime sei settimane di corso ed una prova scritta che verrà sostenuta a fine corso sulla parte restante del programma. Entrambe le prove saranno parte integrante del colloquio orale che servirà a confermare o ad incrementare la media dei voti delle precedenti prove scritte. Il voto finale è espresso in trentesimi. Lo studente ottiene una valutazione minima (voto 18-20/30) se dimostra, almeno nelle linee generali, conoscenza e comprensione degli argomenti trattati e se li espone con proprietà di linguaggio scientifico anche se in modo non sufficientemente articolato. La valutazione sarà sempre più positiva (voto da 20/30 a 28/30) quanto più l'esaminando dimostrerà una conoscenza approfondita degli argomenti derivante sia dalle informazioni che egli ha acquisito durante il corso sia da un attento e approfondito studio personale dei testi consigliati e se nell'esposizione egli dimostra autonomia di giudizio e comprensione delle proprietà applicative delle nuove conoscenze acquisite. Sarà inoltre positivamente valutata una esposizione chiara ed articolata, e l'uso corretto della terminologia scientifica. La votazione di 30 o 30 e lode sarà ottenuta da un esaminando che dimostra di avere un'ottima conoscenza degli argomenti che egli espone in modo chiaro e articolato con ottima proprietà di linguaggio e buona capacità analitica dimostrando la sua autonomia di giudizio e la capacità di applicazione delle nuove conoscenze acquisite.</p> <p>Lo scopo delle verifiche è volto all'accertamento delle competenze e delle conoscenze acquisite durante il corso. Oggetto degli esami saranno argomenti che riguardano le tecniche analitiche per le sostanze iscritte nella FU (monografie) che consentiranno la verifica dell'apprendimento degli aspetti generali dell'analisi chimica quantitativa. Lo studente verrà valutato sulla base delle conoscenze acquisite, della capacità elaborativa, della padronanza del linguaggio e della capacità di risolvere problemi concreti più o meno complessi.</p>
OBIETTIVI FORMATIVI	Il corso ha come scopo l'approfondimento delle tecniche analitiche quantitative applicate all'analisi farmaceutica. Attraverso una serie di lezioni teoriche ed esercitazioni di laboratorio, applicazione pratica di numerosi argomenti trattati a lezione, si propone di mostrare le tecniche d'analisi più significative, riportate nella F.U., che utilizzano metodi classici di titolazione in solvente acquoso e non acquoso.
ORGANIZZAZIONE DELLA DIDATTICA	Lezioni frontali (64 h); Esercitazioni di laboratorio (30 h).
TESTI CONSIGLIATI	<ol style="list-style-type: none"> 1.A.H. Backett, J.B. Stenlake "Practical Pharmaceutical Chemistry", Ed. Athlone. 2.G.C. Porretta, Analisi quantitativa di composti farmaceutici, CISU Roma, 1990. 3.J.M. Kolthoff, E.B. Sandell "Analisi chimica quantitativa", Piccin Padova, 1974. 4.Skoog-West: "Chimica Analitica"; SES Napoli. 2000. 5.D.C.Harris: "Chimica Analitica Quantitativa"; Zanichelli Bologna. 1991. 6.Farmacopea Ufficiale della Repubblica Italiana

PROGRAMMA

ORE	Lezioni
5	Importanza e scopi dell'analisi quantitativa in campo farmaceutico. Consultazione ed uso della F.U. Italiana ed Europea. Grado di purezza dei principi attivi: purezza chimica, fonti di impurezze, metodi fisici, chimico-fisici e chimici per il suo controllo.
5	Analisi volumetrica. Classificazione dei metodi. Criteri nella scelta della reazione di titolazione. Standard primari e secondari. Preparazione e standardizzazione delle soluzioni. Punti finali e punti equivalenti. Errore di titolazione. Curve di titolazione e parametri che influenzano le curve di titolazione.
12	Titolazioni acido-base. Curve di titolazione. Indicatori e scelta dell'indicatore. Titolazioni di Acidi monoprotici forti e deboli. Titolazione di Basi forti e basi deboli. Titolazione di Acidi poliprotici e basi poliaccide. Titolazioni di miscele di acidi e di basi. Dosaggi acidimetrici di sostanze iscritte nella F.U. XII Ed.. Dosaggi alcalimetrici di sostanze iscritte nella F.U. XII Ed..
8	Titolazioni in solventi non acquosi. Solventi protici, anfiprotici ed aprotici. Costante dielettrica di un solvente. Ionizzazione e dissociazione. Costanti di acidita' e basicita' intrinseche. Costanti globali di acidita. Effetto livellante e differenziante dei solventi. Curve di titolazione. Titolazioni di acidi molto deboli. Titolazioni di basi. Scelta del solvente per una titolazione in ambiente non acquoso. Esempi di dosaggi in solventi non acquosi di sostanze iscritte nella F.U. XII Ed..
3	Procedimento analitico. Analisi gravimetrica centesimale. Caratteristiche dei precipitati gravimetrici. Filtrabilita' e purezza dei precipitati. Precipitati colloidali. Precipitati cristallini. Reagenti precipitanti in fase omogenea. Essiccamento ed incenerimento dei precipitati. Applicazioni dell'analisi gravimetrica. Calcolo dei risultati in analisi gravimetriche. Fattore gravimetrico. Saggi gravimetrici di sostanze iscritte nella F.U. XII Ed..
8	Titolazioni per precipitazione. Teoria e curve di titolazione. Argentimetria. Determinazione del punto di fine secondo Mohr, Volhard e Fajans. Metodo di Liebig per la determinazione degli ioni cianuro. Dosaggi attraverso titolazione per precipitazione di sostanze iscritte nella F.U. XII Ed..
8	Complessometria. Ligandi. Complessi. Costanti di formazione termodinamiche e condizionali. Influenza del pH e di altre specie complessanti. Agenti mascheranti. Determinazione diretta di alcuni cationi. Determinazione indiretta di alcuni anioni. Selettivita' nelle titolazioni complessometriche. Indicatori metallocromici. Curve di titolazione. Determinazione della durezza dell'acqua con EDTA. Alcuni dosaggi complessometrici di sostanze iscritte nella F.U. XII Ed..
10	Principi di elettrochimica. Celle elettrochimiche. Potenziali di riduzione. Potenziali formali. Equazione di Nernst. Influenza del pH nelle reazioni ossido-riduttive. Influenza di agenti precipitanti e complessanti sui potenziali redox. Curve di titolazione. Potenziale al punto di equivalenza. Titolazioni redox. Indicatori visuali redox. Cerimetria. Permanganatometria. Iodometria. Iodatometria. Bromatometria. Saggi ossidimetrici di sostanze iscritte nella F.U. XII Ed..
5	Titolazione potenziometrica. Principio del potenziometro. Elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori. Potenziale di membrana. Elettrodo a vetro. Determinazione grafica del punto equivalente con il metodo della derivata prima e della derivata seconda. pH-metria. Determinazioni potenziometriche nella F.U. XII Ed..
ORE	Laboratori
30	Esercitazioni di laboratorio relative alle tecniche di analisi più significative riportate nella F.U. che utilizzano metodi classici di titolazione in solvente acquoso e non acquoso. Misurazione del punto di fusione di sostanze riportate sulla F.U.. Metodi di separazione e purificazione dei principi attivi dalle impurezze. Analisi quantitativa di sostanze riportate nella F.U. mediante l'applicazione di metodi fisici.

DOCENTE: Prof.ssa STELLA MARIA CASCIOFERRO- *Lettere A-L*

PREREQUISITI	Al fine di poter comprendere proficuamente i contenuti del corso, lo studente deve conoscere i concetti di base di chimica generale e chimica organica. In particolare, è richiesta la conoscenza degli argomenti che riguardano gli equilibri in soluzione, i più comuni gruppi funzionali organici e le principali reazioni organiche. Sono inoltre necessarie conoscenze di base di matematica per comprendere ed eseguire i calcoli connessi con le determinazioni analitiche sviluppate durante il corso.
RISULTATI DI APPRENDIMENTO ATTESI	<p>Conoscenza e capacità di comprensione.</p> <p>Conoscenza e comprensione dei metodi e degli strumenti utili ad effettuare un'analisi quantitativa di un farmaco allo scopo di verificarne il suo grado di purezza ed il suo titolo.</p> <p>Capacità di applicare conoscenza e comprensione.</p> <p>Capacità di riconoscere ed applicare in autonomia le tecniche quantitative necessarie per lo sviluppo di un metodo analitico. Valutazione della sequenza e dei metodi migliori da utilizzare per il completamento dell'analisi.</p> <p>Autonomia di giudizio.</p> <p>Capacità, sulla base dei risultati sperimentali ottenuti, di interpretare le informazioni ottenute, calcolare i risultati e valutare l'attendibilità di tutti i dati.</p> <p>Abilità comunicative.</p> <p>Capacità di esporre i risultati dell'informazione ricavata in un modo chiaro, esauriente e significativo che descriva il problema in modo accessibile anche ad un pubblico non esperto.</p> <p>Capacità d'apprendimento.</p> <p>Capacità di aggiornare ed ampliare le proprie conoscenze attraverso la consultazione di pubblicazioni scientifiche proprie del settore analitico-farmaceutico.</p> <p>Capacità di seguire, sulla base delle conoscenze acquisite durante il corso, seminari specialistici, corsi di approfondimento e master nel settore.</p>
VALUTAZIONE DELL'APPRENDIMENTO	colloquio orale la cui valutazione è espressa in trentesimi. Scopo di tale colloquio è volto all'accertamento delle competenze e delle conoscenze acquisite durante il corso. Oggetto dell'esame saranno due o tre domande che, a partire da argomenti concreti che riguardano le tecniche analitiche per le sostanze iscritte nella FU (monografie), consentano la verifica dell'apprendimento degli aspetti generali dell'analisi chimica quantitativa. Lo studente verrà valutato sulla base delle conoscenze acquisite, della capacità elaborativa, della padronanza del linguaggio e della capacità di risolvere problemi concreti più o meno complessi. Gli esami verranno considerati superati se lo studente avrà acquisito una valutazione compresa tra 18/30 e 30/30 con eventuale lode. La valutazione minima di 18/30 verrà attribuita a coloro che avranno dimostrato di possedere una conoscenza elementare degli argomenti oggetto del corso mentre il punteggio massimo (30/30 con eventuale lode) a coloro che avranno dimostrato di avere pienamente acquisito il massimo delle conoscenze degli argomenti oggetto del corso. L'esame di chi mostrerà carenze e lacune nei concetti di base previsti nei prerequisiti e scarse conoscenze degli aspetti generali del corso sarà considerato insufficiente.
OBIETTIVI FORMATIVI	Il corso ha come scopo l'approfondimento delle tecniche analitiche quantitative applicate all'analisi farmaceutica. Attraverso una serie di lezioni teoriche ed esercitazioni di laboratorio, si propone di mostrare le tecniche d'analisi più significative, riportate nella F.U., che utilizzano metodi classici di titolazione in solvente acquoso e non acquoso.
ORGANIZZAZIONE DELLA DIDATTICA	lezioni orali (64h); esercitazioni di laboratorio (30 h)
TESTI CONSIGLIATI	<ol style="list-style-type: none"> 1. A.H. Backett, J.B. Stenlake "Practical Pharmaceutical Chemistry", Ed. Athlone. 2. J.M. Kolthoff, E.B. Sandell "Analisi chimica quantitativa", Piccin Padova, 1974. 3. Skoog-West: "Chimica Analitica"; SES Napoli. 2000. 4. D.C.Harris: "Chimica Analitica Quantitativa"; Zanichelli Bologna. 1991. 5. Farmacopea Ufficiale della Repubblica Italiana, XII edizione.

PROGRAMMA

ORE	Lezioni
3	Importanza e scopi dell'analisi quantitativa in campo farmaceutico. Consultazione ed uso della F.U. Grado di purezza dei principi attivi: purezza chimica, fonti di impurezze, metodi fisici, chimico-fisici e chimici per il suo controllo.
3	Procedimento analitico. Analisi gravimetrica centesimale. Caratteristiche dei precipitati gravimetrici. Filtrabilità e purezza dei precipitati. Precipitati colloidali. Precipitati cristallini. Reagenti precipitanti in fase omogenea. Essiccamento ed incenerimento dei precipitati. Applicazioni dell'Analisi Gravimetrica. Calcolo dei risultati in analisi gravimetriche. Fattore gravimetrico. Saggi gravimetrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed..
4	Analisi volumetrica. Classificazione dei metodi. Criteri nella scelta della reazione di titolazione. Standard primari e secondari. Preparazione e standardizzazione delle soluzioni. Punti finali e punti equivalenti. Errore di titolazione. Curve di titolazione e parametri che influenzano le curve di titolazione.

PROGRAMMA

ORE	Lezioni
12	Titolazioni acido-base: Curve di titolazione, Indicatori acido-base e scelta dell'indicatore. Titolazioni di Acidi monoprotici forti e deboli. Titolazione di Basi forti e basi deboli. Titolazione di Acidi poliprotici e basi poliacide. Titolazioni di miscele di acidi e di basi. Dosaggi acidimetrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed. Dosaggi alcalimetrici sostanze iscritte nella F.U. IX Ed..
9	Titolazioni acido-base in solventi non acquosi. Solventi protici, amfiprotici ed aprotici. Costante dielettrica di un solvente. Ionizzazione e dissociazione. Costanti di acidita' e basicita' intrinseche. Costanti globali di acidita. Effetto livellante e differenziante dei solventi. Curve di titolazione. Titolazioni di acidi molto deboli. Titolazioni di basi. Scelta del solvente per una titolazione in ambiente non acquoso. Esempi di dosaggi in solventi non acquosi di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed..
9	Titolazioni per precipitazione: teoria e curve di titolazione. Argentimetria. Determinazione del punto di fine secondo Mohr. Determinazione del punto di fine secondo Volard. Determinazione del punto di fine secondo Fajans. Dosaggi attraverso titolazione per precipitazione di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed.
9	Complessometria. Ligandi. Complessi. Costanti di formazione termodinamiche e condizionali. Influenza del pH e di altre specie complessanti. Agenti mascheranti. Determinazione diretta di alcuni cationi. Determinazione indiretta di alcuni anioni. Selettivita' nelle titolazioni complessometriche. Indicatori metallocromici. Curve di titolazione. Determinazione della durezza dell'acqua con EDTA. Alcuni dosaggi complessometrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed..
10	Principi di elettrochimica. Celle elettrochimiche. Potenziali di riduzione. Potenziali formali. Equazione di Nernst. Influenza del pH nelle reazioni ossido-riduttive. Influenza di agenti precipitanti e complessanti sui potenziali redox. Curve di titolazione. Potenziale al punto di equivalenza. Titolazioni redox. Indicatori visuali redox. Cerimetria. Permanganatometria. Iodometria. Iodatometria. Bromatometria. Saggi ossidimetrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed.
5	Titolazione potenziometrica. Principio del potenziometro, elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori. Potenziale di membrana. Elettrodo a vetro. Determinazione grafica del punto di fine con il metodo della derivata prima e della derivata seconda. pH-metria. Determinazioni potenziometriche nella F.U..
ORE	Esercitazioni
30	Esercitazioni di laboratorio relative alle tecniche d'analisi piu' significative, riportate nella F.U., che utilizzano metodi classici di Titolazione in solvente acquoso e non acquoso.