

# UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PALERMO

DIPARTIMENTO	Scienze e Tecnologie Biologiche, Chimiche e Farmaceutiche
ANNO ACCADEMICO OFFERTA	2023/2024
ANNO ACCADEMICO EROGAZIONE	2025/2026
CORSO DILAUREA MAGISTRALE A CICLO UNICO	FARMACIA
INSEGNAMENTO	ANALISI DEI MEDICINALI 2
TIPO DI ATTIVITA'	В
AMBITO	74745-Discipline Farmaceutico-alimentari
CODICE INSEGNAMENTO	01215
SETTORI SCIENTIFICO-DISCIPLINARI	CHIM/08
DOCENTE RESPONSABILE	RAIMONDI MARIA Professore Associato Univ. di PALERMO VALERIA
	DIANA PATRIZIA Professore Ordinario Univ. di PALERMO
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	DIANA PATRIZIA  Lunedì 12:30 14:30 nel mio studio - primo piano via Archirafi 32  Mercoledì 12:30 14:30 nel mio studio - primo piano via Archirafi 32
	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)

#### DOCENTE: Prof.ssa MARIA VALERIA RAIMONDI- Lettere M-Z **PREREQUISITI** Al fine di poter comprendere proficuamente i contenuti del corso, lo studente deve conoscere i concetti di base di chimica generale, chimica analitica 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 Conoscenza e capacita' di comprensione 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. Capacita' di utilizzare il linguaggio specifico della disciplina. Capacita' di applicare conoscenza e comprensione Capacita' di riconoscere ed applicare in autonomia le tecniche quantitative necessarie per lo sviluppo di un piano analitico che comprenda la valutazione della seguenza e dei metodi migliori da utilizzare per il completamento dell'analisi. Autonomia di giudizio Capacita, sulla base dei risultati sperimentali ottenuti, di interpretare le informazioni ottenute, calcolare i risultati e valutare l'attendibilita' di tutti i dati. Abilita' comunicative Capacita' 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. Capacita' d'apprendimento Capacita' di aggiornare ed ampliare le proprie conoscenze attraverso la consultazione di pubblicazioni scientifiche proprie del settore analiticofarmaceutico. Capacita' di seguire, sulla base delle conoscenze acquisite durante il corso, seminari specialistici, corsi di approfondimento e master nel settore. VALUTAZIONE DELL'APPRENDIMENTO Le modalita' di verifica dell'apprendimento prevedono una prova in itinere facoltativa, da svolgersi in presenza, sul programma svolto durante le prime sei settimane di corso ed una prova scritta facoltativa, sempre da svolgersi in presenza, che verra' sostenuta a fine corso sulla parte restante del programma. Entrambe le prove scritte, se sostenute, saranno parte integrante del colloquio orale. Il voto finale e' 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 proprieta' di linguaggio scientifico anche se in modo non sufficientemente articolato. La valutazione sara' sempre piu' positiva (voto da 20/30 a 28/30) guanto piu' l'esaminando dimostrera' 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 proprieta' applicative delle nuove conoscenze acquisite. Sara' inoltre positivamente valutata una esposizione chiara ed articolata, e l'uso coretto della terminologia scientifica La votazione di 30 o 30 e lode sara' ottenuta da un esaminando che dimostra di avere un'ottima conoscenza degli argomenti che egli espone in modo chiaro e articolato con ottima proprieta' di linguaggio e buona capacita' analitica dimostrando la sua autonomia di giudizio e la capacita' di applicazione delle nuove conoscenze acquisite. Lo scopo delle verifiche e' 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 verra' valutato sulla base delle conoscenze acquisite, della capacita' elaborativa, della padronanza del linguaggio e della capacita' di risolvere problemi concreti piu' o meno complessi. **OBIETTIVI FORMATIVI** Il corso ha come scopo l'approfondimento delle tecniche analitiche quantitative applicate all'analisi farmaceutica. Attraverso una serie di lezioni teoriche di analisi chimica quantitativa ed esercitazioni di laboratorio, applicazioni pratiche di numerosi argomenti trattati a lezione, si propone di mostrare le tecniche d'analisi piu' significative, riportate nella F.U., che utilizzano metodi classici di titolazione in solvente acquoso e non acquoso, e l'applicazione di metodi chimico-fisici di analisi come la misura potenziometrica. Infine, la misurazione del punto di fusione di sostanze riportate nella F.U., i metodi di separazione e purificazione dei principi attivi dalle impurezze, e la determinazione del dosaggio del principio attivo in un campione impuro applicando tecniche di analisi strumentale. Lezioni frontali (64 h); ORGANIZZAZIONE DELLA DIDATTICA Esercitazioni di laboratorio (30 h). 1.A.H. Beckett, J.B. Stenlake "Pratical Pharmaceutical Chemistry", The Athlone TESTI CONSIGLIATI Press; 3rd Revised edition (1975), ISBN 048511156X.

2.G.C. Porretta, Analisi quantitativa di composti farmaceutici, CISU Roma

(1990), ISBN: 8879750615.
3.J.M. Kolthoff, E.B. Sandell "Analisi chimica quantitativa", Piccin Padova (1974).
4.F. J. Holler, S. R. Crouch "Fondamenti di Chimica Analitica di Skoog e West";
EdiSes (2015), ISBN 9788879598651.
5.D.C.Harris: "Chimica Analitica Quantitativa"; Zanichelli Bologna (2017), ISBN:
9788808821058.
6.A. Carrieri "Manuale di analisi quantitativa dei medicinali", Edises (2019),
ISBN 9788833190440.
7. Farmacopea Ufficiale della Repubblica Italiana. Ultima edizione.

#### PROGRAMMA

	PROGRAMMA
ORE	Lezioni
3	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.
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
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.
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 poliacide. 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
9	Titolazioni acido-base 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
9	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
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. 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 chimico-fisici come la potenziometria. Determinazione del dosaggio del principio attivo in un campione impuro applicando tecniche di analisi strumentali.

DOCENTE: Prof.ssa PATRIZIA DIANA- Lettere A-L

<b>DOCENTE:</b> Prof.ssa PATRIZIA DIANA- Lette	PIE A-L
PREREQUISITI	Chimica Organica; Chimica Analitica
RISULTATI DI APPRENDIMENTO ATTESI	Conoscenza e capacita' di comprensione Acquisizione dei metodi e degli strumenti utili per il controllo di qualita. Capacita' descrivere le problematiche coinvolte nelle determinazioni quantitative. Capacita' di applicare conoscenza e comprensione Capacita' di riconoscere, ed applicare autonomamente, le metodologie necessarie per il dosaggio di farmaci iscritti nella Farmacopea Ufficiale Italiana. Autonomia di giudizio Essere in grado di risolvere i problemi volti a valutare il grado di conoscenza acquisito sugli argomenti e le tecniche che sono oggetto delle lezioni e delle esercitazioni pratiche di laboratorio. Abilita' comunicative Capacita' di esporre le problematiche e i calcoli utili per determinare il grado di purezza di un composto. Capacita' d'apprendimento Capacita' di utilizzare le conoscenze acquisite nel corso, per potere affrontare nuove problematiche
VALUTAZIONE DELL'APPRENDIMENTO	Prova orale.  Lo studente dovra' rispondere ad almeno tre domande che riguardano argomenti del programma, con riferimento ai testi consigliati.  Per la valutazione dell'esame si considerera' il livello di conoscenza, la proprieta' di linguaggio nonche' la chiarezza espositiva degli argomenti trattati.  La valutazione viene espressa 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 proprieta' di linguaggio scientifico anche se in modo non sufficientemente articolato. La valutazione sara' sempre piu' positiva (voto da 20/30 a 28/30) quanto piu' l'esaminando dimostrera' 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 proprieta' applicative delle nuove conoscenze acquisite. Sara' inoltre positivamente valutata una esposizione chiara ed articolata , e l'uso coretto della terminologia scientifica .  La votazione di 30 o 30 e lode sara' ottenuta da un esaminando che dimostra di avere un'ottima conoscenza degli argomenti che egli espone in modo chiaro e articolato con ottima proprieta' di linguaggio e buona capacita' analitica dimostrando la sua autonomia di giudizio e la capacita' di applicazione delle nuove conoscenze acquisite.
OBIETTIVI FORMATIVI	L'obiettivo formativo previsto e' quello di fare acquisire allo studente le competenze di base necessarie per affrontare e risolvere le problematiche analitiche dei farmaci iscritti nella F.U. italiana
ORGANIZZAZIONE DELLA DIDATTICA	Lezioni frontali ed esercitazioni individuali in laboratorio
TESTI CONSIGLIATI	G.C.Porretta: "Analisi Quantitativa di Composti Farmaceutici"; CISU D.C.Harris: "Chimica Analitica Quantitativa"; Zanichelli Skoog West: "Chimica Analitica"; Beckett Stenlake: "Practical Pharmaceutical Chemistry

## PROGRAMMA

ORE	Lezioni
5	Il farmaco dalla sintesi al mercato. Fonti di impurezze in prodotti farmaceutici. Guida all'uso della Farmacopea Ufficiale Italiana IX Ed. Purezza chimica, suo controllo, fonti di impurezze, metodi fisici, chimico-fisici e chimici.
10	Procedimento analitico. Analisi gravimetrica. 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. IX Ed.
5	Metodi di estrazione. Introduzione all'analisi volumetrica. Requisiti di una reazione volumetrica. Standard primario. Soluzione standard. Punto equivalente e punto finale. Errore di titolazione. Curve di titolazione. Parametri che influenzano le curve di titolazione.
6	Curve di titolazione delle reazioni di precipitazione. Determinazione del punto finale. Applicazione analitica delle titolazioni di precipitazione (Mohr, Volhard, Fajans). Saggi precipitimetrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed.
12	Titolazioni acido-base. Indicatori. Curve di titolazione. Titolazioni di acidi forti con basi forti. pH di un acido debole, idrolisi, tamponi. Titolazioni di acidi deboli monoprotici con basi forti. Titolazioni di basi deboli monoprotiche con acidi forti. Titolazioni di acidi poliprotici. Titolazioni di basi poliacide. Titolazioni di miscele di acidi e di basi. Dosaggi acidimetrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed. Dosaggi alcalimetrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed
8	Solventi non acquosi: Classificazione dei solventi. Acidita' e basicita' intrinseca. Costante di autoprotolisi. Effetto livellante. Acidi e basi deboli in solventi amfiprotici. 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.

### **PROGRAMMA**

ORE	Lezioni
5	Complessometria. Formazione di complessi chelati. Costante di stabilita' dei complessi. Acido etilendiaminotetracetico (EDTA). Influenza del pH sulla stabilita' dei complessi con EDTA. Curve di titolazione con EDTA. Indicatori per titolazioni con EDTA. Tipi di titolazioni complessometriche: titolazione diretta, per spostamento, indiretta, alcalimetrica. Selettivita' nelle titolazioni complessometriche. Durezza permanente e temporanea. Alcuni dosaggi complessometrici di sostanze iscritte nella F.U.IX Ed
8	Principi di elettrochimica. Celle elettrochimiche. Equazione di Nernst. Influenza del pH nelle reazioni ossido riduttive. Influenza di agenti precipitanti e complessanti sui potenziali redox. Calcolo delle costanti di equilibrio di una reazione Saggi ossidimetrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed. Curve di titolazione di ossido riduzione. Indicatori di ossido riduzione. Ossidanti volumetrici: Permanganatometria, Iodometria, Iodometria, Bromometria, Cerimetria. Saggi ossidimetrici di sostanze iscritte nella F.U. IX Ed
5	Principio del potenziometro, Elettrodi di riferimento , Elettrodi indicatori. Titolazione potenziometrica, determinazione del punto finale. Definizione e grandezze conduttometriche. Misure di conducibilita. Celle conduttometriche. Titolazioni conduttometriche: acido forte-base forte, acido debole-base forte, acido , reazioni di precipitazione. Determinazioni potenziometriche nella F.U.
ORE	Laboratori
30	Portata a volume, pipettata, azzeramento. Cloruri (Mohr, Fajans). Cloruri (Vohard) Acido/Base-fenolftaleina. Acido/Base-metilarancio. Miscela carbonati/bicarbonati. Miscela di acidi. Cloralio idrato. Durezza. Determinazione acqua ossigenata. Vitamina C. Cloramina T. Fenolo. acido/base potenziometrico. acido/base conduttometric