

ANALISI DEI MEDICINALI II (anAlisi quantitativa di prodotti di farmacoepa ufficiale) - PH000033

1. lingua insegnamento/language

Italiano

2. contenuti/course contents

Coordinatore/Coordinator: Prof. Giuseppe La Regina

Anno Accademico/Academic Year: 2022/2023

Anno di corso/Year Course: IV

Semestre/Semester: 1°

CFU/UFC: 10

Moduli e docenti incaricati /Modules and lecturers:

- ANALISI DEI MEDICINALI II (ANALISI QUANTITATIVA DI PRODOTTI DI FARMACOPEA UFFICIALE) (PH000106) - 7 cfu - ssd CHIM/08: Prof. Giuseppe La Regina
- LABORATORIO DI ANALISI DEI MEDICINALI II (ANALISI QUANTITATIVA DI PRODOTTI DI FARMACOPEA UFFICIALE) (PH000107) - 3 cfu - ssd CHIM/08
Proff. Giuseppe La Regina, Dott.ssa Domiziana Masci, Dott.ssa Carola Castiello

3. testi di riferimento/bibliography

D. C. Harris, Chimica analitica quantitativa, Zanichelli

G. C. Porretta, Analisi di preparazioni farmaceutiche – Analisi Quantitativa, CISU

Skoog, West, Holler, Fondamenti di Chimica Analitica, Edises

Farmacopea Ufficiale Italiana, XII Edizione, Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato

Farmacopea Ufficiale Italiana, X Edizione, Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato

European Pharmacopoeia, 10th Edition, Council of Europe.

4. obiettivi formativi/learning objectives

Il corso integrato mira a fornire allo studente le capacità teoriche e pratiche nei differenti ambiti dell'analisi quantitativa di composti di interesse farmaceutico, l'apprendimento teorico-pratico in cui lo studente apprende i principi teorici delle metodologie di analisi e le attività pratiche di laboratorio per la quantificazione di composti presenti nella Farmacopea Ufficiale (F.U). tramite metodi classici e moderni.

Conoscenza e capacità di comprensione - Knowledge and understanding: lo studente accresce le conoscenze necessarie per il riconoscimento quantitativo di composti di interesse farmaceutico come riportato nella Farmacopea Europea e la Farmacopea Ufficiale Italiana.

Conoscenza e capacità di comprensione applicate – Applying knowledge and understanding: lo studente è in grado di sfruttare le conoscenze acquisite in modo da scegliere una metodologia analitica per quantificazione di composti di interesse farmaceutico.

Autonomia di giudizio - Making judgements: lo studente sviluppa capacità critica e di osservazione sperimentale integrando le nozioni teoriche e pratiche acquisite nelle lezioni frontali e di laboratorio.

Abilità comunicative – Communication skills: lo studente sviluppa la capacità di descrivere in modo conciso e rigoroso i concetti appresi nelle lezioni teoriche e pratiche. Lo studente acquisisce, inoltre, la capacità di lavorare in gruppo e di comunicare in modo chiaro le proprie conoscenze o i risultati della propria ricerca, sia ad un pubblico di specialisti che ad una più vasta audience di non addetti al settore.

Capacità di apprendere – Learning skills: lo studente sviluppa una migliore comprensione degli argomenti trattati nel corso per selezionare in modo autonomo le fonti appropriate per l'applicazione di metodi analitici e protocolli sperimentali nell'analisi quantitativa farmaceutica, attingendo a testi di riferimento ufficiali e bibliografia, in lingua italiana ed inglese portando alla possibilità di affrontare al meglio i corsi degli anni successivi, grazie ad una maggiore consapevolezza degli argomenti trattati.

5. prerequisiti/PREREQUISITES

Obbligatorio il superamento dell'esame di Chimica generale, con particolare attenzione alla conoscenza di: formazione di sali, bilanciamento reazioni, equilibri acido-base, calcolo del pH, reazioni di idrolisi, reazioni di ossidoriduzione, equilibri di solubilità. Consigliato il superamento del corso di Chimica organica e di Analisi qualitativa di composti di Farmacopea ufficiale.

6. metodi didattici/teaching methods

Il corso mira a fornire allo studente le capacità teoriche e pratiche nell'analisi quantitativa dei medicinali attraverso lezioni frontali ed esercitazioni di laboratorio. Al termine del corso integrato lo studente dovrà dimostrare di avere acquisito i seguenti obiettivi:

Conoscenza e capacità di comprensione - Knowledge and understanding (Dublino 1): lo sviluppo delle conoscenze definite negli obiettivi formativi viene ottenuto mediante lezioni frontali teoriche supportate da lezioni pratiche di laboratorio svolte singolarmente.

Conoscenza e capacità di comprensione applicate – Applying knowledge and understanding (Dublino 2): le nozioni teoriche e pratiche acquisite durante il corso consentono allo studente di valutare autonomamente la metodologia sperimentale idonea al riconoscimento quantitativo di composti di interesse farmaceutico presenti in Farmacopea.

Autonomia di giudizio - Making judgements (Dublino 3): la realizzazione di esercitazioni di laboratorio svolte singolarmente e supportate da una conoscenza teorica maturata nelle lezioni frontali consentono allo studente di poter valutare autonomamente ed in modo critico gli esperimenti condotti e di effettuare autonomamente osservazioni ed esperimenti basati sulle attività di laboratorio apprese.

Abilità comunicative – Communication skills (Dublino 4): la stesura di un quaderno di laboratorio contenente le informazioni relative alle esercitazioni realizzate insieme al confronto continuo con il docente e gli altri studenti durante le esercitazioni, aiuterà lo studente ad illustrare in modo chiaro e conciso le informazioni ricavate dai vari

esperimenti, favorendo anche l'utilizzo di un linguaggio tecnico scientifico idoneo.

Capacità di apprendere – Learning skills (Dublino 5): le lezioni frontali consentono allo studente di creare una base solida in termini di conoscenza dei metodi analitici dei composti di interesse farmaceutico. L'integrazione di tali conoscenze teoriche con le capacità pratiche sviluppate nelle lezioni di laboratorio, favoriranno un aumento dell'autonomia nella realizzazione di futuri esperimenti, definendo protocolli sperimentali in base alla letteratura consultata attingendo a testi di riferimento e bibliografia, in lingua italiana ed inglese.

Modalità di erogazione della didattica online in caso di emergenza sanitaria le lezioni frontali in aula verranno sostituite da lezioni online.

7. altre informazioni/other informations

/

8. modalità di verifica dell'apprendimento/ methods for verifying learning and for evaluation

L'esame verrà svolto in forma orale.

Per superare l'esame occorre conseguire un voto non inferiore a 18/30. Lo studente deve dimostrare di aver acquisito una conoscenza sufficiente dei principali argomenti trattati nel corso, con particolare rilevanza agli differenti ambiti dell'analisi quantitativa di composti di interesse farmaceutico. La lode verrà assegnata, previo conseguimento di 30/30, agli studenti che abbiano dimostrato di aver raggiunto un livello superiore di conoscenza e di approfondimento delle materie con autonomia di studio, appropriatezza di linguaggio e ottime capacità comunicative.

Durante l'esame si verificherà la preparazione dello studente attraverso delle domande che richiedono la soluzione di un problema analitico che si potrebbe verificare in laboratorio. La soluzione di questi problemi richiede l'applicazione di semplici calcoli. Si terrà conto delle esercitazioni di laboratorio. Il voto finale sarà una valutazione globale dell'attività pratica e del colloquio orale.

Conoscenza e capacità di comprensione- L'esame consente di valutare il livello di conoscenza raggiunto dallo studente ed approfondire la comprensione dei concetti.

Conoscenza e capacità di comprensione applicate – All'esame orale lo studente presenterà il quaderno di laboratorio dove avrà riportato tutte le esercitazioni realizzate durante il corso e sarà valutata la capacità di utilizzare i concetti appresi all'analisi dei composti inorganici di Farmacopea.

Autonomia di giudizio – Durante la prova orale lo studente dovrà dimostrare di essere in grado di valutare e definire una proposta metodologica idonea alle differenti problematiche analitiche richieste.

Abilità comunicativa – Durante la prova orale lo studente dovrà argomentare ed esprimere le conoscenze acquisite utilizzando un linguaggio tecnico-scientifico adeguato;

Abilità di apprendere – Verrà valutata la presenza di una base scientifica solida in termini di conoscenza delle proprietà analitiche dei composti di interesse farmaceutico e della capacità di integrare tali conoscenze teoriche con le capacità pratiche sviluppate nelle lezioni di laboratorio, per definire il livello di autonomia nella realizzazione di futuri esperimenti.

Modalità di svolgimento degli esami online in caso di emergenza sanitaria: l'esame verrà

realizzato via web tramite l'utilizzo dell'apposita piattaforma.

9. programma esteso/program

ANALISI DEI MEDICINALI II (ANALISI QUANTITATIVA DI PRODOTTI DI FARMACOPEA UFFICIALE) (PH000106)

I. INTRODUZIONE AL CORSO

1. Introduzione
 - 1.1 Recapiti docente
 - 1.2 Ricevimento studenti
 - 1.3 Caratteristiche insegnamento
 - 1.4 Orario delle lezioni in aula e in laboratorio
 - 1.5 Obiettivi formativi
 - 1.6 Prerequisiti
 - 1.7 Metodi didattici
 - 1.8 Modalità di verifica dell'apprendimento
 - 1.9 Programma di esame
 - 1.10 Testi di riferimento

II. SICUREZZA IN LABORATORIO

1. Aspetti normativi
 - 1.1 Italia
 - 1.2 Norme comunitarie
 - 1.3 Definizioni
 - 1.4 Classificazione sostanze e preparati pericolosi
2. Pericolosità degli agenti chimici
 - 2.1 Analisi e valutazione del rischio chimico
3. Regole di prevenzione
 - 3.1 Aspetti generali
4. Classificazione, etichettatura e imballaggio
 - 4.1 Regolamentazione
5. Simbologie
 - 5.1 Direttive nn. 67/548 e 1999/45
 - 5.2 Esplosivi e comburenti
 - 5.3 Infiammabili
 - 5.4 Tossici e molto tossici
 - 5.5 Nocivi e corrosivi
 - 5.6 Irritanti
 - 5.7 Regolamento Classification, Labelling and Packaging
 - 5.8 Pericoli fisici: esplosivi, gas infiammabili, aerosol infiammabili, gas comburenti, gas sotto pressione, liquidi infiammabili, solidi infiammabili, sostanze e miscele autoreattive, liquidi e solidi piroforici, sostanze e miscele autoriscaldanti, sostanze e miscele che a contatto con l'acqua sviluppano gas infiammabili, liquidi e solidi comburenti, perossidi organici, sostanze o miscele corrosive per i metalli.
 - 5.9 Pericoli per la salute: tossicità acuta, corrosione/irritazione della pelle, gravi lesioni oculari/irritazione oculare, sensibilizzazione delle vie respiratorie o della pelle, mutagenicità sulle cellule germinali, cancerogenicità, tossicità per la riproduzione, tossicità specifica per organi bersaglio (esposizione singola), tossicità specifica per organi bersaglio (esposizione ripetuta),

pericolo in caso di aspirazione.

5.10 Pericoli per l'ambiente: ambiente acquatico, strato di ozono.

6. Scheda di dati di sicurezza

6.1 Caratteristiche

6.2 Esempio di scheda di dati di sicurezza: piombo nitrato

6.3 Fonti

7. Etichettatura ed imballaggio

7.1 Agenti chimici

8. Valori limite di esposizione

8.1 Definizione

9. Dispositivi di protezione individuale

9.1 Definizione

10. Dispositivi di protezione collettiva

10.1 Definizione

11. Segnaletica di sicurezza

11.1 Definizione

11.2 Esempi

12. Misure comportamentali nei laboratori chimici

12.1 Norme generali

12.2 Norme specifiche laboratorio didattico

12.3 Misure anti-Covid19: ingresso in laboratorio, uscita dal laboratorio, prevenzione e protezione

12.4 Incendio

12.5 Sversamento accidentale sostanza liquida

12.6 Sversamento accidentale sostanza solida

13. Contatto accidentale con agenti chimici

13.1 Introduzione

13.2 Ingestione

13.3 Cute e mucose

13.4 Inalazione

14. Test di verifica

III. TESTI DI RIFERIMENTO UFFICIALI PER L'ANALISI QUANTITATIVA

1. Farmacopee ufficiali

1.1 Farmacopea Ufficiale Italiana

1.2 Farmacopea Ufficiale Europea

1.3 Monografie della Farmacopea Ufficiale Italiana e Europea relative a sostanze di interesse farmaceutico e tossicologico

1.4 Medicamenta

IV. PROCESSO ANALITICO

1. Processo analitico

1.1 Definizione

- 1.2 Fasi di un processo analitico
- 1.3 Esempio di processo analitico

V. MISURAZIONI CHIMICHE

- 1. Misurazioni chimiche
 - 1.1 Unità di misura SI
 - 1.2 Unità SI derivate
 - 1.3 Prefissi

- 2. Espressione della concentrazione chimica
 - 2.1 Unità
 - 2.2 Composizione percentuale: definizione ed esempio numerico
 - 2.3 Preparazione delle soluzioni: procedura ed esempio numerico
 - 2.4 Diluizione: procedura ed esempio numerico

- 3. Calcoli stechiometrici
 - 3.1 Analisi gravimetrica
 - 3.2 Reagente limitante: definizione ed esempio numerico

VI. STRUMENTI DELL'ANALISI QUANTITATIVA

- 1. Quaderno di laboratorio
 - 1.1 Corretta redazione

- 2. Bilancia analitica
 - 2.1 Caratteristiche
 - 2.2 Pesata
 - 2.3 Bilancia meccanica
 - 2.4 Bilancia elettronica
 - 2.5 Errori nella pesata
 - 2.6 Spinta dell'aria

- 3. Burette
 - 3.1 Caratteristiche, uso ed errori

- 4. Matracci tarati
 - 4.1 Caratteristiche ed uso

- 5. Pipette
 - 5.1 Caratteristiche ed uso

- 6. Micropipette
 - 6.1 Caratteristiche ed uso

- 7. Siringhe
 - 7.1 Caratteristiche ed uso

- 8. Filtrazione
 - 8.1 Generalità ed esecuzione

- 9. Essiccamento
 - 9.1 Generalità ed esecuzione

VII. ERRORE SPERIMENTALE

1. Cifre significative

1.1 Definizione

1.2 Calcoli aritmetici: addizione e sottrazione, moltiplicazione e divisione, logaritmi e antilogaritmi.

2. Tipi di errore

2.1 Classificazione

2.2 Errore sistematico

2.3 Errore casuale

2.4 Precisione e accuratezza

2.5 Incertezza assoluta e relativa

VIII. ELEMENTI DI STATISTICA

1. Distribuzione gaussiana

1.1 Definizione

1.2 Media e deviazione standard: definizione ed esempio numerico

2. Confronto di deviazioni standard

2.1 Test F: calcolo ed esempio numerico

3. Intervalli di confidenza

3.1 Calcolo ed esempio numerico

4. Test di Grubbs

4.1 Calcolo

5. Metodo dei minimi quadrati

5.1 Definizione

5.2 Procedura per trovare l'equazione di una retta

6. Curva di calibrazione

6.1 Definizione

6.2 Costruzione

6.3 Buone pratiche

IX. INTRODUZIONE ALLE TITOLAZIONI

1. Titolazioni

1.1 Caratteristiche generali ed esempi numerici

2. Curva di titolazione per precipitazione

2.1 Introduzione

2.2 Costruzione: prima del punto di equivalenza, al punto di equivalenza e dopo il punto di equivalenza

2.3 Forma della curva di titolazione

3. Titolazione di una miscela

3.1 Curva di titolazione

4. Determinazione del punto finale

4.1 Introduzione

4.2 Titolazione di Volhard

4.3 Titolazione di Fajans

X. TITOLAZIONI ACIDO BASE

1. Titolazione acido forte con base forte

1.1 Curva di titolazione

1.2 Calcolo prima del punto di equivalenza

1.3 Calcolo al punto di equivalenza

1.4 Calcolo dopo il punto di equivalenza

2. Titolazione acido debole con base forte

2.1 Curva di titolazione

2.2 Calcolo prima dell'aggiunta della base

2.3 Calcolo prima del punto di equivalenza

2.4 Calcolo al punto di equivalenza

2.5 Calcolo dopo il punto di equivalenza

3. Titolazione acido debole con acido forte

3.1 Curva di titolazione

3.2 Calcolo prima dell'aggiunta dell'acido

3.3 Calcolo prima del punto di equivalenza

3.4 Calcolo al punto di equivalenza

3.5 Calcolo dopo il punto di equivalenza

3.6 Esempio numerico

4. Titolazione acido base

4.1 determinazione del punto finale mediante indicatori

4.2 Metodo di Kjeldal: procedura ed esempio numerico

4.3 Standard primari

XI. TITOLAZIONI CON EDTA

1. Titolazioni con EDTA

1.1 Introduzione

2. EDTA

2.1 Introduzione

2.2 Proprietà acido base

2.3 Complessi

2.4 Costante di formazione condizionale: definizione ed esempio numerico

3. Curve di titolazione con EDTA

3.1 Costruzione

3.2 Calcolo prima del punto di equivalenza

3.3 Calcolo al punto di equivalenza

3.4 Calcolo dopo il punto di equivalenza

3.5 Calcio e stronzio

4. Agenti complessanti ausiliari

4.1 Caratteristiche ed uso

5. Indicatori metallocromici

5.1 Caratteristiche ed uso

6. Tecniche di titolazione con EDTA

6.1 Titolazione diretta

6.2 Titolazione di ritorno: procedura ed esempio numerico

6.3 Titolazione per spostamento

6.4 Titolazione indiretta

6.5 Mascheramento

6.6 Demascheramento

XII. ELETTRODI E POTENZIOMETRIA

1. Celle galvaniche

1.1 Caratteristiche

1.2 Ponte salino

2. Potenziale standard

2.1 Misura del potenziale standard di riduzione

3. Elettrodi di riferimento

3.1 Caratteristiche

4. Elettrodi indicatori

4.1 Classificazione

4.2 Elettrodi metallici: caratteristiche ed esempio numerico

4.3 Elettrodi iono-selettivi

XIII. TITOLAZIONI REDOX

1. Titolazioni redox

1.1 Introduzione

1.2 Forma della curva di titolazione

1.3 Calcolo prima del punto di equivalenza

1.4 Calcolo al punto di equivalenza

1.5 Calcolo dopo il punto di equivalenza

2. Determinazione del punto finale

2.1 Indicatori redox

2.2 Indicatori colorimetrici

3. Regolazione dello stato di ossidazione

3.1 Introduzione

3.2 Pre-ossidazione

3.3 Pre-riduzione

4. Ossidazione con permanganato di potassio

4.1 Caratteristiche

5 Ossidazione con Ce^{4+}

5.1 Caratteristiche

6. Ossidazione con dicromato di potassio

6.1 Caratteristiche

7. Metodi basati sullo iodio

7.1 Introduzione

7.2 Uso dell'amido come indicatore

7.3 Caratteristiche delle soluzioni di triioduro

7.4 Utilizzo del sodio tiosolfato

7.5 Applicazioni analitiche dello iodio

XIV. TITOLAZIONI ELETTROANALITICHE

1. Elettrolisi

1.1 Fondamenti

1.2 Corrente e velocità di reazione

2. Analisi elettrogravimetrica

2.1 Caratteristiche e proprietà

3. Coulombometria

3.1 Caratteristiche e proprietà

4. Amperometria

4.1 Caratteristiche e proprietà

5. Voltammetria

5.1 Caratteristiche e proprietà

6. Titolazione di H₂O

6.1 Metodo di Karl Fisher: procedura ed esempio numerico

XV. ANALISI GRAVIMETRICA ED ELEMENTARE

1. Analisi gravimetrica

1.1 Caratteristiche ed esempio numerico

2. Precipitazione

2.1 Caratteristiche di un precipitato

2.2 Crescita dei cristalli

3. Precipitazione omogenea

3.1 Caratteristiche

4. Precipitazione in presenza di un elettrolita

4.1 Caratteristiche

5. Digestione

5.1 Caratteristiche

6. Purezza

6.1 Caratteristiche

7. Composizione del prodotto

7.1 Caratteristiche

8. Analisi elementare

8.1 Introduzione

8.2 Analisi per combustione: procedura ed esempio numerico

LABORATORIO DI ANALISI DEI MEDICINALI II (ANALISI QUANTITATIVA DI PRODOTTI DI FARMACOPEA UFFICIALE) (PH000107)

1. *Determinazione quantitativa sodio(I) idrossido Farmacopea Ufficiale X Edizione*
2. *Determinazione quantitativa acido citrico anidro Farmacopea Ufficiale X Edizione*
3. *Prova incognita n. 1*
4. *Determinazione quantitativa calcio cloruro Farmacopea Ufficiale X Edizione*
5. *Determinazione quantitativa acido ascorbico Farmacopea Ufficiale X Edizione*
6. *Prova incognita n. 2*
7. *Determinazione quantitativa idrogeno perossido soluzione 3 per cento Farmacopea Ufficiale X Edizione*
8. *Determinazione quantitativa sodio cloruro preparazioni parenterali Farmacopea Ufficiale X Edizione*
9. *Prova incognita n. 3*