

**DIPARTIMENTO FARMACIA**

**CORSO DI LAUREA MAGISTRALE A CICLO UNICO IN FARMACIA**

**DOCENTE prof. ANTONIO LAVECCHIA**

**INSEGNAMENTO                      ANALISI DEI MEDICINALI II - Matricole dispari**

**Tipologia di insegnamento** Caratterizzante

**Crediti formativi (CFU)** 13

**Settore Scientifico disciplinare (SSD)** CHIM/08 - chimica farmaceutica

**Posizionamento nel calendario didattico** Il semestre del 4° anno

**Prerequisiti** *Nozioni acquisite con lo studio della* Chimica Generale ed Inorganica, della Chimica Organica e della Chimica Analitica ed Analisi dei Medicinali I

**Propedeuticità** Chimica Analitica ed Analisi dei Medicinali I

**Commissione d'esame:** Prof. Antonio Lavecchia (Presidente), Prof. Alfonso Carotenuto (componente), Dott. Carmen Cerchia (componente)

**Collaboratori di supporto all'attività didattica:** Dott. Carmen Cerchia

**OBIETTIVI FORMATIVI**

*Il corso è articolato in lezioni teoriche ed esercitazioni pratiche e ha l'intento di fornire allo studente la capacità di conoscere e comprendere i metodi di analisi più utili per la separazione, l'identificazione ed il controllo di purezza di sostanze di interesse farmaceutico. Inoltre, attraverso la frequenza di questo insegnamento e lo studio individuale, lo studente avrà la capacità di utilizzare le conoscenze acquisite per poter identificare i diversi composti organici, organometallici e inorganici presenti nella Farmacopea Ufficiale Italiana e nella Farmacopea Europea.*

## **PROGRAMMA DEL CORSO**

**Farmacopea.** Illustrazione ed uso della Farmacopea Ufficiale Italiana e della Farmacopea Europea per l'analisi dei composti di interesse farmaceutico. Commento di monografie della Farmacopea. Reazioni di identificazione per classi di sostanze iscritte nella Farmacopea. Procedimento analitico per l'identificazione delle sostanze riportate nella Farmacopea.

**Introduzione.** Introduzione ai principi ed ai metodi dell'analisi chimico-farmaceutica. Analisi qualitativa di composti organici ed inorganici: caratteristiche e differenze.

**Solubilità e sue relazioni con la struttura chimica.** Legame ionico, legame covalente, legame idrogeno e forze di Van der Waals. Fattori che determinano la solubilità dei composti organici: temperatura, purezza, struttura chimica, polarità, legame idrogeno, peso molecolare, punto di fusione, isomeria strutturale. Fattori che determinano la solubilità dei composti inorganici: energia reticolare del solido ed energia di idratazione degli ioni.

**Analisi qualitativa organica.** Applicazione dell'analisi organica ai composti di interesse farmaceutico. Determinazione della struttura di una sostanza organica. Identificazione di una sostanza. Esame organolettico: stato fisico, colore, odore, sapore. Comportamento alla calcinazione: sostanza organica, sostanza inorganica, sostanza organometallica. Riconoscimento dell'azoto mediante calcinazione. Saggio in tubicino di vetro. Ricerca qualitativa degli elementi: carbonio e idrogeno. Ricerca del fosforo in un composto organico. Riconoscimento della struttura aromatica e delle insaturazioni. Saggi di riconoscimento dei gruppi funzionali e loro derivati. Riconoscimento degli acidi carbossilici e saggi specifici per il riconoscimento di lattati, citrati e tartrati. Riconoscimento dei derivati degli acidi carbossilici: anidridi, esteri e ammidi. Riconoscimento degli alcoli, glicoli e fenoli. Principali reazioni di riconoscimento delle aldeidi e dei chetoni, loro derivati e saggi specifici per i carboidrati. Riconoscimento delle ammine e separazione di una miscela di ammine: metodo di Hinsberg; metodo con anidride 3-nitroftalica. Principali reazioni di riconoscimento di composti solforati, amminoacidi, enoli, derivati piridinici, purinici (basi xantiniche) e pirimidinici (barbiturici).

**Analisi qualitativa inorganica.** Applicazione dell'analisi qualitativa inorganica ai composti di interesse farmaceutico: saggi preliminari per via secca; saggi alla fiamma. Analisi sistematica degli anioni e dei cationi. Riconoscimento dei cationi e degli anioni con particolare riferimento a quelli dei farmaci inorganici iscritti nella F.U.

**Metodi di separazione e di purificazione.** Estrazione: teoria, legge di Henry, legge di Nernst. Estrazione con solventi di liquidi: discontinua e in continuo. Estrazione con solventi di solidi: estrattori. Estrazione con solventi chimicamente attivi. Essiccazione di liquidi e di soluzioni di composti organici in solventi organici. Smistamento di una miscela di sostanze organiche secondo la sistematica di Staudinger. Cristallizzazione: scelta del solvente; preparazione di una soluzione satura; difficoltà nella cristallizzazione/cristallizzazione frazionata. Filtrazione: imbuti, preparazione di un filtro di carta a pieghe, filtrazione a pressione ordinaria e sotto vuoto, filtrazione della soluzione calda, carbone decolorante, lavaggio dei cristalli. Cristallizzazione a basse temperature. Essiccazione del materiale cristallizzato. Sublimazione: teoria; apparecchiatura e tecnica. Sublimazione a pressione atmosferica, a pressione ridotta: microsublimatore di Craig. Liofilizzazione. Distillazione: legge di Dalton; legge di Raoult: miscele binarie. Distillazione semplice a pressione ordinaria e a pressione ridotta. Distillazione in corrente di vapore. Distillazione frazionata a pressione ordinaria e a pressione ridotta. Colonne di frazionamento: colonna di Vigreux; colonna di Dufton; colonna a bulbi; colonna di Hempel (anelli di Rashig, anelli di Lessing e anelli di Fenske). Capacità ed efficienza

di una colonna di frazionamento: piatto teorico, altezza equivalente ad un piatto teorico (HEPT). Miscele azeotropiche: azeotropi di minimo e di massimo. Metodiche cromatografiche: principi ed applicazioni nell'analisi e nell'identificazione dei farmaci. Cromatografia di adsorbimento. Cromatografia di ripartizione: cromatografia su strato sottile; cromatografia su carta; cromatografia su colonna; cromatografia liquida ad alta prestazione (HPLC). Cromatografia a scambio ionico. Cromatografia di esclusione. Gascromatografia. Cromatografia di affinità. Cromatografia su fasi chirali. Cromatografia a fluido supercritico. Determinazione delle proprietà fisiche come indice di purezza. Punto di fusione. Punto di ebollizione. Peso molecolare. Indice di rifrazione. Potere rotatorio specifico.

**Metodi ottici e spettroscopici.** Principali metodi ottici e spettroscopici adoperati nell'analisi chimico-farmaceutica. Isomeria ottica e geometrica. Polarimetria. Indice di rifrazione: rifrattometro di Abbè. Densità e peso specifico: metodi di determinazione. Tecniche spettroscopiche impiegate nell'analisi chimico-farmaceutica: spettrofotometria UV-Visibile; spettrofotometria IR; spettrometria di massa; spettrometria protonica e <sup>13</sup>C.

### **TESTI E MATERIALE DIDATTICO CONSIGLIATO**

Guida al riconoscimento di composti di interesse farmaceutico, V. Cavrini, Ed. Esculapio  
Guida all'analisi di composti d'interesse farmaceutico, F. Savelli, Ed. Piccin  
Manuale di analisi farmaceutica, A. Carta, S. Piras, I. Briguglio, Ed. Aracne  
Chimica Organica Pratica, Vogel, II edizione  
Identificazione spettroscopica di composti organici, R.M. Silverstein, F.X. Webster, Casa Editrice Ambrosiana  
Farmacopea Ufficiale Italiana XII Ed e Farmacopee Europee  
Appunti lezioni del corso e qualsiasi altro testo conforme al programma

### **METODI DIDATTICI/ORGANIZZAZIONE DELL'INSEGNAMENTO**

*Lezioni Frontali ed Esercitazioni in laboratorio*

### **MODALITÀ DI VALUTAZIONE DELL'APPRENDIMENTO**

*L'esame comprende:*

- una prova pratica di laboratorio, propedeutica all'esame scritto e di validità illimitata, che verte sul riconoscimento di una sostanza incognita organica o inorganica mediante le metodiche apprese durante le esercitazioni pratiche.
- una prova scritta, durante la quale lo studente è chiamato a rispondere a domande aperte o a risposta multipla e a risolvere esercizi riguardanti gli argomenti trattati durante il corso.
- una prova orale, in cui lo studente dovrà dimostrare competenza e capacità di esposizione degli argomenti affrontati durante il corso.

*Il voto finale d'esame è espresso in trentesimi da 18/30 a 30/30 e lode e tiene conto della valutazione della prova scritta e delle conoscenze acquisite dallo studente durante il corso.*

*L'attribuzione del voto avviene secondo i criteri riportati in Tabella:*

<b>Voto</b>	<b>Descrittori</b>
< 18 <i>insufficiente</i>	<i>Conoscenze frammentarie e superficiali dei contenuti, errori nell'applicare i concetti, prova scritta insufficiente ed esposizione carente</i>
18 - 20	<i>Conoscenze dei contenuti sufficienti ma generali, esposizione semplice, incertezze nell'applicazione di concetti teorici</i>

21 - 23	<i>Conoscenze dei contenuti appropriate ma non approfondite, capacità di applicare i concetti teorici, capacità di presentare i contenuti in modo semplice</i>
24 - 25	<i>Conoscenze dei contenuti appropriate ed ampie, discreta capacità di applicazione delle conoscenze, capacità di presentare i contenuti in modo articolato.</i>
26 - 27	<i>Conoscenze dei contenuti precise e complete, buona capacità di applicare le conoscenze, capacità di analisi, esposizione chiara e corretta</i>
28 - 29	<i>Conoscenze dei contenuti ampie, complete ed approfondite, buona applicazione dei contenuti, buona capacità di analisi e di sintesi, esposizione sicura e corretta,</i>
30 30 e lode	<i>Conoscenze dei contenuti molto ampie, complete ed approfondite, capacità ben consolidata di applicare i contenuti, ottima capacità di analisi, di sintesi e di collegamenti interdisciplinari, padronanza di esposizione</i>