

**DIPARTIMENTO** FARMACIA  
**ANNO ACCADEMICO** 2020/2021  
**CORSO DI LAUREA** CHIMICA E TECNOLOGIA FARMACEUTICHE  
**DOCENTE** Dott.ssa MARIATERESA GIUSTINIANO

**INSEGNAMENTO** ANALISI DEI MEDICINALI II – matricole dispari

**Tipologia di insegnamento:** *di base*

**Crediti formativi (CFU):** 10

**Settore Scientifico disciplinare (SSD):** CHIM 08

**Posizionamento nel calendario didattico:** *I semestre del 4° anno*

**Prerequisiti:** *Nozioni acquisite con lo studio della Chimica Generale, Chimica Organica I e II, Chimica Fisica, Chimica Analitica e Analisi dei Medicinali I*

**Propedeuticità:** *Chimica Generale ed Inorganica, Chimica Analitica e Analisi dei Medicinali I*

**Commissione d'esame:** *Dott.ssa Mariateresa Giustiniano (Presidente), Prof.ssa Jussara Amato (componente)*

**Collaboratori di supporto all'attività didattica:** *Dott. Francesco Merlino, Dott. Stefano Tomassi, Dott.ssa Camilla Russo*

**OBIETTIVI FORMATIVI**

*Il corso si propone di fornire allo studente le conoscenze teoriche e pratiche utili al riconoscimento e alla purificazione di molecole di interesse farmaceutico. Lo studente dovrà dimostrare di aver acquisito le basi delle principali metodiche dell'analisi qualitativa classica, basata sulla ricerca degli elementi e l'identificazione dei gruppi funzionali presenti nelle molecole, e sui metodi strumentali utili a delineare il profilo analitico dei farmaci e verificarne la qualità. Lo studente dovrà essere in grado, partendo dalle nozioni acquisite, di capire e correttamente applicare una procedura analitica descritta in Farmacopea o in altra letteratura scientifica.*

## **PROGRAMMA DEL CORSO**

**Introduzione.** *Contenuti e finalità del corso. Concetti di sicurezza in un laboratorio chimico-farmaceutico. Materiali e attrezzature di laboratorio.*

**Caratteristiche dell'analisi delle sostanze inorganiche e organiche.** *Differenze fra analisi inorganica ed organica. Sistematica per l'identificazione di una molecola inorganica, organo-metallica o organica presente nella Farmacopea Ufficiale. Saggi preliminari: esame organolettico, saggi di combustione, solubilità.*

**Analisi qualitativa inorganica.** *Riconoscimento dei principali ioni inorganici: strategia e metodi. Analisi sistematica degli anioni e dei cationi. Saggi per via secca. Il bunsen: caratteristiche della fiamma. Spettri di emissione: riconoscimento degli ioni  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Sr}^{+2}$ ,  $\text{Ba}^{+2}$ ,  $\text{Cu}^{+2}$ . Saggi per via umida.*

**Analisi qualitativa organica.** *Determinazione della struttura di una sostanza organica: strategia e metodi. Analisi elementare organica (saggio di Lassaigue). Solubilità delle sostanze organiche e fattori che la influenzano: temperatura, purezza, struttura chimica, pH, legame idrogeno, peso molecolare, isomeria strutturale. Comportamento chimico delle sostanze organiche. Ricerca dei gruppi funzionali: saggio per il riconoscimento della struttura aromatica, acidi carbossilici e derivati, composti carbonilici, alcoli, fenoli, ammine, amminoacidi, carboidrati, basi puriniche e pirimidiniche, barbiturici e sulfamidici. Applicazione dell'analisi organica ai composti di interesse farmaceutico. Determinazione della purezza: microanalisi elementare quantitativa e determinazione di alcune grandezze chimico-fisiche: punto di fusione, punto di ebollizione, potere ottico rotatorio, indice di rifrazione (rifrattometro di Abbe).*

**Metodi di separazione e purificazione.** *Separazione di miscele con metodi non cromatografici: filtrazione, centrifugazione, estrazione. Separazione di una miscela complessa sulla base di volatilità e solubilità dei componenti. Sistematica di Staudinger: estrazione, isolamento e purificazione di principi attivi da formulazioni farmaceutiche. La cromatografia come metodo di analisi, identificazione e separazione dei farmaci: metodi di separazione (cromatografia di adsorbimento, cromatografia di ripartizione, cromatografia a scambio ionico, cromatografia di esclusione, cromatografia di affinità, cromatografia chirale) e tecniche cromatografiche (cromatografia su carta o PC, su strato sottile o TLC, su colonna o CC, su fasi chirali, cromatografia di scambio ionico o IEC, gas-cromatografia o GC, cromatografia in fase liquida ad alta prestazione o HPLC). Applicazioni di tecniche HPLC e GC-MS nell'analisi farmaceutica. Tecniche di purificazione delle sostanze: cristallizzazione, sublimazione, distillazione. Distillazione a pressione ordinaria, a pressione ridotta e in corrente di vapore. Miscele azeotropiche. Tecniche di essiccaamento. Approccio metodologico all'analisi di farmaci in matrici complesse.*

**Metodi spettroscopici.** *Principali metodi ottici e spettroscopici adoperati nell'analisi chimico-farmaceutica. Spettroscopia UV-VIS e di fluorescenza, indice di rifrazione, spettroscopia IR e spettrometria di massa.*

**Esercitazioni Pratiche.** *Distinzione fra sostanze inorganiche, organo-metalliche ed organiche: esame organolettico; comportamento della sostanza al riscaldamento; determinazione della solubilità in acqua, nei solventi organici e nei solventi reattivi. Identificazione di composti inorganici: saggi per via umida. Riconoscimento di composti organici puri: saggi per la ricerca della struttura aromatica, delle insaturazioni e dei principali gruppi funzionali. Saggi di riconoscimento di alcune classi di composti organici di interesse farmaceutico. Sostanze organo-metalliche: saggi specifici per l'identificazione dello ione inorganico; riconoscimento della componente organica. Analisi cromatografica mediante TLC di miscele di farmaci. Separazione e purificazione di farmaci in miscela mediante estrazione. Separazione e purificazione di farmaci in miscela mediante cromatografia su colonna e HPLC. Analisi di acidi grassi in miscela mediante GC-MS. Determinazione di alcune proprietà chimico-fisiche rilevanti ai fini analitici.*

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

- A. Carta, M. G. Mamolo, F. Novelli, S. Piras, *Analisi Farmaceutica Qualitativa*. Edises, ed. IX
- F. Savelli, O. Bruno, *Analisi Chimico Farmaceutica*. Piccin
- Farmacopea Italiana ed Europea vigenti.
- Appunti e slide delle lezioni.

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

*Il corso prevede lezioni teoriche ed esercitazioni in aula nonché esercitazioni in laboratorio a posto singolo, tutte a frequenza obbligatoria.*

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

*La verifica dell'apprendimento è attuata tramite prova pratica di laboratorio, effettuata al termine delle esercitazioni a posto singolo, ed esame scritto ed orale.*

*La prova pratica, a validità illimitata, è propedeutica all'esame e mira ad accertare le abilità acquisite nell'identificare composti di interesse farmaceutico riportati in Farmacopea. Essa viene valutata attraverso un giudizio che deve risultare positivo per consentire l'accesso all'esame. L'esame, che consiste in una prova scritta e orale, mira a verificare l'acquisizione delle conoscenze e delle abilità richieste dagli obiettivi dell'insegnamento.*

*Il voto finale d'esame è espresso in trentesimi da 18/30 a 30/30 e lode. L'attribuzione del voto avviene secondo i criteri riportati in Tabella:*

<b>Voto</b>	<b>Descrittori</b>
< 18 insufficiente	Conoscenze frammentarie e superficiali dei contenuti, errori nell'applicare i concetti, prova scritta insufficiente ed esposizione carente
18 - 20	Conoscenze dei contenuti sufficienti ma generali, esposizione semplice, incertezze nell'applicazione di concetti teorici
21 - 23	Conoscenze dei contenuti appropriate ma non approfondite, capacità di applicare i concetti teorici, capacità di presentare i contenuti in modo semplice
24 - 25	Conoscenze dei contenuti appropriate ed ampie, discreta capacità di applicazione delle conoscenze, capacità di presentare i contenuti in modo articolato.
26 - 27	Conoscenze dei contenuti precise e complete, buona capacità di applicare le conoscenze, capacità di analisi, esposizione chiara e corretta
28 - 29	Conoscenze dei contenuti ampie, complete ed approfondite, buona applicazione dei contenuti, buona capacità di analisi e di sintesi, esposizione sicura e corretta,
30 30 e lode	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