

A.A. 2017/18

Scheda descrittiva dell'insegnamento di:

<b>CHIMICA ANALITICA E LABORATORIO DI ANALISI DEI MEDICINALI</b>
--

Docente: Albrizio Stefania

Tipologia di attività: caratterizzante

n° CFU: 12

Anno: II      Semestre: II

### Obiettivi formativi

#### Conoscenze e comprensione:

Al termine del corso lo studente dovrà aver acquisito le conoscenze di base della chimica analitica riguardanti gli equilibri acido-base, la formazione di precipitati e di complessi, le ossido-riduzioni e la loro applicazione alle analisi volumetriche classiche. Dovrà, inoltre, aver acquisito le conoscenze sulle fasi di un processo di analisi quantitativa mediante tecniche strumentali e sui principi di statistica che devono esser applicati alla valutazione dei risultati di un'analisi quantitativa.

#### Capacità di applicare conoscenze e comprensione

Al termine del corso lo studente dovrà essere in grado di applicare le conoscenze sulle tecniche di analisi quantitativa, classiche e strumentali, alla determinazione di analiti di interesse nell'ambito del controllo di qualità di preparati farmaceutici, scegliendo il metodo più idoneo ad una specifica analisi. Dovrà, inoltre, essere in grado di valutare in maniera critica i risultati di un'analisi applicando principi di analisi statistica.

#### Abilità comunicative

Lo studente dovrà essere in grado di illustrare le procedure chimiche utilizzate nel corso di un'analisi quantitativa, spiegandone vantaggi e limiti, e di redigere relazioni sui risultati in modo appropriato ossia fornendo le informazioni necessarie a comprendere le modalità di applicazione del metodo di analisi e le cause di eventuali errori, utilizzando un adeguato linguaggio tecnico.

#### Capacità di apprendimento

Al termine del corso lo studente dovrà aver acquisito le conoscenze di base delle procedure analitiche per il suo inserimento in attività lavorative che prevedano l'esecuzione di analisi quantitative mediante metodi ufficiali o per il proseguimento di studi di livello superiore nel settore chimico-farmaceutico.

### Prerequisiti

Conoscenza delle grandezze fisiche e degli strumenti matematici per affrontare i problemi di stechiometria, in particolare le equazioni di primo e secondo grado, le proprietà dei logaritmi, l'uso della notazione esponenziale. Conoscenza delle unità di misura più comuni.

Conoscenza delle nozioni acquisite nel corso di Chimica Generale ed Inorganica, in particolare: concetto di mole, struttura e nomenclatura dei composti chimici, acidi e basi, sali, soluzioni e modi di esprimere la concentrazione delle soluzioni, reazioni chimiche e classificazione delle reazioni

chimiche, reazioni di ossidoriduzione, numeri di ossidazione, bilanciamento delle reazioni chimiche, equilibrio chimico e costanti di equilibrio

### **Propedeuticità**

Obbligatorie: Chimica Generale e Chimica Organica.

### **Contenuti**

Scopi della chimica analitica. Terminologia generale utilizzata in chimica analitica. Classificazione dei metodi analitici. Criteri di scelta del metodo analitico e fasi di una tipica metodica di analisi quantitativa.

Espressione dei risultati analitici e loro valutazione. Errori nell'analisi chimica. Applicazione della statistica alla valutazione dei dati. Cifre significative.

Introduzione al laboratorio pratico di analisi. Norme e procedure di sicurezza in un laboratorio chimico

Misure di massa e di volume. Bilance (cenni). Soluzioni e concentrazioni. Tipologie di attrezzature volumetriche.

Soluzioni standard. Sostanze madri.

Titolazioni acido-base: costruzione della relativa curva di titolazione. Scelta dell'indicatore opportuno. Alcalimetria ed Acidimetria. Titolazioni acido-base in solvente non acquoso. Classificazione dei solventi. Effetto diversificante e livellante del solvente.

Titolazioni con formazione di precipitato. Argentometria.

Titolazioni complessometriche. Ligandi monodentati e polidentati. EDTA. Effetto del pH sulle reazioni di complessazione con EDTA. Titolazioni con EDTA: dirette, per spostamento e per sostituzione.

Titolazioni con trasferimento di elettroni. Potenziali standard di riduzione. Equazione di Nerst. Permanganometria. Cerimetria. Bromometria. Ossidimetria con bicromato. Iodometria e iodimetria. Potenzimetria. Elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori. Titolazioni potenziometriche.

Introduzione alle separazioni analitiche. Metodi cromatografici. Generalità e definizioni. Fenomeni che sono alla base delle diverse tecniche cromatografiche: adsorbimento; ripartizione; scambio ionico; esclusione molecolare; affinità. Cromatografia planare e su colonna. Cromatografia liquida ad alta prestazione (HPLC). Cenni di spettroscopia. Rivelatori in HPLC. Gascromatografia. Rivelatori in GC. Applicazione delle tecniche cromatografiche all'analisi quantitativa di composti.

Metodi estrattivi per la preparazione di un campione per l'analisi (estrazione L/L e S/L, SPE, SPME, estrazione assistita da ultrasuoni e da microonde, estrazione con fluidi supercritici).

Rette di calibrazione e analisi quantitativa. Metodi per la costruzione di una retta di calibrazione.

Validazione di un metodo analitico. Principali parametri di validazione dei metodi.

Esercitazioni pratiche (in numero dipendente dalla disponibilità dei laboratori didattici):

Corretto uso della strumentazione (vetreria, bilance, pHmetro)

Titolazioni in ambiente acquoso

Titolazione potenziometrica di un acido poliprotico

HPLC

Costruzione di una retta di calibrazione

Prove incognite

### English

### **Analytical Chemistry and Quantitative Drug Analysis**

Introduction to the analytical chemistry.  
Safety in chemistry laboratories.  
Significant digits. Rules to approximate the results statistical data analysis.  
Basic concepts. Mass and concentration units of measurements. Dilution law. Density, How to make dilute solutions from concentrated reagents.  
Titration curves:  
Acid-base equilibria (strong and weak reagents). Titration of polyprotic acids. Criteria of titrability.  
Indicators: choice and uses.  
Non-aqueous titrations.  
Precipitation titration: Fajans, Mohr and Volhard methods.  
Complex formation. Use of the EDTA for titrimetric purposes.  
Redox titrations  
Elementary electrochemistry: Electrochemical cells, electrode potentials  
Potentiometry: description and principles of use for the reference and indicator electrodes. Ion sensitive electrodes and cells.  
Sample preparation techniques.  
LC - and Gas- chromatography.  
Regression methods: calibration. Least squares method  
Errors in chemical analyses: systematic and random. Definition of accuracy and precision: parameters for their quantification; absolute and relative errors; standard deviation, relative standard deviation, coefficient of variation.  
Statistical tests for outlier evaluation: test "t" and "Q".  
Analytical method validation: typical validation parameters and methodology.  
Laboratory experiments.

## Español

### **Análisis cuantitativo y laboratorio de análisis de los fármacos**

Introducción a la Química Analítica Concepto de la Química Analítica. Tipos y niveles de información. Etapas del proceso analítico. Clasificación de las técnicas analíticas. Importancia del análisis cualitativo y cuantitativo en el campo farmacéutico. Evaluación de datos, calibración y validación de métodos analíticos. Seguridad en los laboratorios químicos Errores en análisis químico. Precisión y exactitud. Rechazo de resultados discordantes. Presentación de resultados analíticos.  
Unidades de concentración de las soluciones Análisis volumétricos Introducción a los métodos volumétricos. Volumetrías ácido – base. Valoraciones de ácidos y bases fuertes. Valoraciones de ácidos y bases débiles y sistemas polipróticos. Volumetrías de complejos, precipitación y redox.  
Análisis electroquímico. Celdas electroquímicas. Potenciales de electrodo. Potenciometría. Sensores electroquímicos.  
Toma y tratamientos de la muestra. Muestreo. Técnicas de separación extractivas. Introducción al análisis cromatográfico y métodos acoplados Concepto y clasificación de las técnicas cromatográficas. Parámetros fundamentales en cromatografía. Teorías de la cromatografía. Métodos acoplados Cromatografía líquida. Fundamento. Clasificación. Cromatografía plana. Cromatografía en columna. Componentes del cromatógrafo de líquidos. Metodología analítica. Aplicaciones en análisis cualitativo y cuantitativo de interés farmacéutico. Análisis CL-MS. Cromatografía de gases. Fundamento. Componentes de un cromatógrafo de gases. Columnas y fases estacionarias. Detectores. Efecto de la temperatura. Metodología analítica. Aplicaciones en análisis cuantitativo de interés farmacéutico. Análisis CG-MS.

Concepto de calibración. Calibración lineal. Principales parámetros para la validación de los métodos analíticos: sensibilidad, límites de detección y cuantificación, intervalo dinámico, precisión, exactitud.  
Práctica de laboratorio.

### **Metodi didattici**

Il corso è articolato in lezioni frontali (presentazioni powerpoint, spiegazioni alla lavagna) esercitazioni teoriche in aula ed esercitazioni di laboratorio a posto singolo tese a far acquisire allo studente padronanza delle principali tecniche di analisi volumetrica. Sono previste anche esercitazioni di analisi strumentale laddove possibile disporre di strumentazione idonea.

### **Testi di riferimento**

- Daniel C. Harris Chimica Analitica Quantitativa - Zanichelli
- F.J.Holler, S.R.Crouch- Fondamenti di Chimica Analitica di Skoog & West. - Edises.
- David S. Hage, James D. Carr – Chimica analitica ed analisi quantitativa. - Piccin.
- Cavrini, Andrisano - Principi di Analisi Farmaceutica. - Ed. Esculapio.
- Porretta - Analisi di preparazioni farmaceutiche - Ed. CISU.
- Qualsiasi testo conforme al programma.

Materiale didattico usato durante il corso (le presentazioni power point vanno intese come guida allo studio su uno dei testi sopra indicati).

### **Strumenti a supporto della didattica**

Le lezioni verranno svolte in aula mediante i comuni strumenti audiovisivi.

Le esercitazioni verranno svolte in laboratori didattici appositamente attrezzati con strumentazione per analisi volumetriche classiche e strumentali e con i materiali (prodotti, reattivi) necessari per effettuarle.

Il docente è disponibile a fornire chiarimenti sugli argomenti del programma, nell'orario di ricevimento indicato sul proprio sito,

Le presentazioni powerpoint sono scaricabili dal sito del docente previa autenticazione

### **Modalità di verifica dell'apprendimento:**

- verifiche durante il corso (prove intercorso, comportamento durante le esercitazioni in laboratorio, relazioni sulle singole esercitazioni di laboratorio, T prove incognite)
- esame finale consistente in una prova scritta e in una prova orale, da svolgersi in due giorni distinti. La prova scritta consta di cinque esercizi così ripartiti: tre esercizi su preparazione di soluzioni, diluizioni, titolazioni e due esercizi su cifre significative, valutazione di dati anomali, calcolo di parametri per la validazione dei metodi. Sulla base dei risultati della prova scritta lo studente viene valutato idoneo/non idoneo a sostenere la prova orale (gli esercizi su preparazione di soluzioni, diluizioni, titolazioni pesano per l'80% sul giudizio di idoneità).

La prova orale verte su tutti gli argomenti del programma.

La votazione è espressa in trentesimi. La valutazione del candidato non sarà basata sull'abilità di ripetere meramente gli argomenti quanto sulla sua capacità di esporli con termini tecnici opportuni e di saper collegare e confrontare tra loro aspetti diversi trattati e studiati durante il corso.

N.B. Sono ammessi a sostenere l'esame finale solo gli studenti che hanno frequentato almeno l'80% delle esercitazioni di laboratorio.

**Commissione d'esame:**

*Presidente:* Prof.ssa Albrizio Stefania

*Componenti:*

Prof.ssa Rimoli Maria Grazia

Prof.ssa Seccia Serenella

Prof. Marco Persico