



SCHEMA DELL'INSEGNAMENTO (SI)

CHIMICA ANALITICA E LABORATORIO DI ANALISI DEI MEDICINALI SSD CHIM/08

DENOMINAZIONE DEL CORSO DI STUDIO: CONTROLLO DI QUALITÀ

ANNO ACCADEMICO 2021/22

INFORMAZIONI GENERALI - DOCENTE

DOCENTE: Prof. Albrizio Stefania

TELEFONO: +39 081 678607

EMAIL: salbrizi@unina.it

INFORMAZIONI GENERALI - ATTIVITÀ

INSEGNAMENTO INTEGRATO (EVENTUALE):

MODULO (EVENTUALE):

CANALE (EVENTUALE):

ANNO DI CORSO (I, II, III): II

SEMESTRE (I, II): II

CFU: 12

INSEGNAMENTI PROPEDEUTICI (se previsti dal Regolamento del CdS)

Obbligatoria: Chimica Generale.

Si consiglia di seguire il corso di Chimica Organica prima di affrontare lo studio degli argomenti previsti dal programma di questo insegnamento

EVENTUALI 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

OBIETTIVI FORMATIVI

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 quantitative 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 essere applicati alla valutazione critica dei risultati di un'analisi quantitativa.

RISULTATI DI APPRENDIMENTO ATTESI (DESCRITTORI DI DUBLINO)

Conoscenza e capacità di 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 quantitative 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 essere applicati alla valutazione critica dei risultati di un'analisi quantitativa.

Capacità di applicare conoscenza 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.

PROGRAMMA

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.. Potenziometria. 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

MATERIALE DIDATTICO

- 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.
- Carrieri Antonio - Manuale di Analisi Quantitativa dei Medicinali - EdiSES
- 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).

MODALITÀ DI SVOLGIMENTO DELL'INSEGNAMENTO

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.

VERIFICA DI APPRENDIMENTO E CRITERI DI VALUTAZIONE

- verifiche durante il corso (prove intercorso sui calcoli da applicare nel corso delle titolazioni e nella preparazione di soluzioni e prove incognite in laboratorio – da intendersi come strumento che lo studente può utilizzare per una autovalutazione della comprensione degli argomenti svolti e dei risultati raggiunti-, dimostrazione di capacità applicative delle procedure analitiche durante le esercitazioni in laboratorio, relazioni sulle singole esercitazioni di laboratorio).

- esame finale consistente in una prova scritta e in una prova orale, da svolgersi in due giorni distinti. 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.

Il voto finale d'esame è espresso in trentesimi da 18/30 a 30/30 e lode e tiene conto:

a) della valutazione della prova scritta; b) della partecipazione attiva alle esercitazioni in aula e delle capacità applicative dei metodi di analisi dimostrata nel corso delle esercitazioni pratiche di laboratorio; c) della sicurezza e padronanza nell'esposizione dei contenuti del corso espressa, anche, attraverso l'utilizzo di un opportuno linguaggio tecnico e la capacità di collegamento tra argomenti diversi trattati.

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

a) Modalità di esame:

L'esame si articola in prova	
scritta e orale	X
solo scritta	
solo orale	
discussione di elaborato progettuale	
altro	

In caso di prova scritta i quesiti sono (*)	A risposta multipla	
	A risposta libera	
	Esercizi numerici	X

(*) È possibile rispondere a più opzioni

b) Modalità di valutazione:

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

Voto	Descrittori
< 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