



Principali informazioni sull'insegnamento	
Denominazione dell'insegnamento	Laboratorio di sintesi, estrazione ed analisi dei farmaci
Corso di studio	Chimica e Tecnologia Farmaceutiche
Anno di corso	IV
Crediti formativi universitari (CFU) / European Credit Transfer and Accumulation System (ECTS):	9
SSD	CHIM/08
Lingua di erogazione	Italiano
Anno Accademico	2022-23
Periodo di erogazione	2° SEMESTRE (Febbraio-Giugno 2022)
Obbligo di frequenza	SI

Docente	
Nome e cognome	<b>MAURO NISO</b>
Indirizzo mail	<b>mauro.niso@uniba.it</b>
Telefono	<b>080/5442747</b>
Sede	Dipartimento di Farmacia-Scienze del Farmaco
Sede virtuale	
Ricevimento (giorni, orari e modalità)	Concordato via mail con il docente

Syllabus	
<b>Obiettivi formativi</b>	Acquisizione delle principali tecniche di estrazione, purificazione e caratterizzazione di sostanze di interesse chimico farmaceutico.
<b>Prerequisiti</b>	Conoscenze di base di Chimica Generale, Chimica Organica, Metodi Fisici in Chimica Organica
<b>Contenuti di insegnamento (Programma)</b>	<b>Programma del corso di insegnamento:</b> Identificazione di molecole allo stato puro e di sostanze organiche in miscela. Saggi di valutazione della purezza. Aspetto esteriore della sostanza. Determinazione della solubilità in acqua, acetato d'etile, soluzioni acquose acide e basiche. Punto di fusione e metodo di determinazione. Studio di miscele solide a due componenti. Sublimazione, cristallizzazione semplice e frazionata. Tensione di vapore ed evaporazione, ebollizione, determinazione del punto di ebollizione. Distillazione di sistemi a più componenti: distillazione semplice, frazionata e in corrente di vapore. Estrazione con solvente, continua e discontinua; estrazione con fluidi supercritici; estrazione con solvente accompagnata da sonificazione e da microonde; estrazione in fase solida. Frazionamento di miscele organiche e smistamento di miscele secondo Staudinger. Reazioni di identificazione di sostanze riportate in Farmacopea. Aspetti teorici della cromatografia: meccanismi di separazione e parametri cromatografici (costante di distribuzione, fattore di capacità, selettività, efficienza, risoluzione, capacità. Equazioni e di van Deemter). Cromatografia di adsorbimento: fasi stazionarie (tipologie e caratteristiche), fasi mobili (serie eluotrope), modalità operative. Gel filtration chromatography: parametri della GFC, curva di calibrazione, struttura dei gel, fasi mobili compatibili. Cromatografia di scambio ionico: struttura chimico-fisica della matrice, scambiatori di anioni o cationi, granulometria, capacità di rigonfiamento, capacità di scambio, fasi mobili compatibili. Cromatografia su strato sottile: tecnica operativa e analisi qualitativa (fattore di ritardo). Gascromatografia: principi teorici, strumentazione, fasi



	<p>stazionarie. Rivelatori TCD, FID, ECD, MS (sensibilità, selettività, stabilità, tempo di risposta, rumore di fondo, deriva del segnale, limite di rivelabilità, intervallo di linearità). Derivatizzazione in gascromatografia. Analisi di combustione. Analisi quali-quantitativa in gas-cromatografia. Cromatografia liquida ad elevate prestazioni (HPLC): principi teorici, strumentazione, fasi stazionarie (fase normale, fase inversa), rivelatori (UV, indice di rifrazione, fluorescenza, interfaccia LC-MS). Analisi dei farmaci chirali: aspetti generali, polarimetria (radiazione polarizzata, alfa-D, polarimetro, impieghi qualitativi e quantitativi), fasi stazionarie chirali (Pirkle type; cellulosa, ciclodestrine, eteri corona, a scambio di ligando, proteine, antibiotici macrociclici).</p> <p>Sintesi e preparazione di farmaci: vetreria e apparecchiature. Procedure sintetiche di reazioni in ambiente anidro, ad elevata pressione, a bassa temperatura, con riscaldamento a riflusso. Esempi: reazione di Grignard, esterificazioni, sostituzione nucleofila in ambiente anidro e non, riduzione con Nickel Raney, acilazione di Friedel-Crafts, reazione di Suzuki. Sintesi assistita da microonde. Sintesi in solventi non convenzionali (DES).</p> <p><b>Programma delle esercitazioni di laboratorio:</b> Solubilità; Determinazione del punto di fusione; Metodi di purificazione: cristallizzazione, sublimazione, distillazione; Purificazione acido benzoico mediante cristallizzazione; Riconoscimento di alcuni cationi; Riconoscimento di fenoli, ammine aromatiche, composti carbonilici; Saggi di riconoscimento riportati in F.U.; Prove incognite su sostanze organo-metalliche e sostanze organiche F.U.; TLC con serie Eluotropa; Estrazione e separazione di una miscela, riconoscimento delle sostanze separate, attraverso saggi e TLC. Estrazione della caffeina dalle foglie del the. Sintesi in laboratorio: reazione di riduzione di chetoni; esterificazione di acidi carbossilici, sintesi assistita da microonde dell'aspirina, sintesi in solventi non convenzionali (DES).</p>
<b>Testi di riferimento</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>- R. Cozzi, P. Protti, T. Ruaro. Elementi di Analisi Chimica Strumentale. Zanichelli Editore;</li><li>- O. Bruno, F. Savelli. Analisi Chimico Farmaceutica. Piccin-Nuova Libreria;</li><li>- V. Cavrini, V. Andrisano. Principi di Analisi Farmaceutica. Esculapio Editore;</li><li>- G. Caliendo. Manuale di Analisi Quantitativa. EdiSES Università Editore;</li><li>- Un qualunque testo di chimica organica.</li></ul>
<b>Note ai testi di riferimento</b>	

<b>Organizzazione della didattica</b>			
<b>Ore</b>			
Totali	Didattica frontale	Pratica (laboratorio, campo, esercitazione, altro)	Studio individuale
225	70	30	125
<b>CFU/ETCS</b>			
9	7	2	

<b>Metodi didattici</b>	
	Lezioni in aula e esercitazioni a posto singolo in laboratorio

<b>Risultati di apprendimento previsti</b>	
<b>Conoscenza e capacità di comprensione</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Apprendimento delle tecniche qualitative tradizionali in chimica organica/inorganica; capacità di comprendere le più recenti tecniche</li></ul>



	strumentali di analisi qualitativa organica applicate a sostanze appartenenti alla Farmacopea Ufficiale
<b>Conoscenza e capacità di comprensione applicate</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Capacità di applicazione delle tecniche analitiche qualitative strumentali e non per l'analisi di composti incogniti appartenenti alla Farmacopea Ufficiale</li></ul>
<b>Competenze trasversali</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• <i>Autonomia di giudizio:</i> Acquisizione della capacità di giudizio per intraprendere analisi di sostanze incognite (F.U.) in modo autonomo ed indipendente</li><li>• <i>Abilità comunicative:</i> Sviluppo delle abilità di comunicazione adatte alla presentazione dei dati raccolti durante le analisi di sostanze incognite; capacità di relazionare i risultati in maniera analitica e sintetica</li><li>• <i>Capacità di apprendere:</i> Lo studente, alla fine del corso, dovrà aver sviluppato una buona autonomia sia per lo svolgimento di analisi qualitative di sostanze incognite organiche/organo metalliche sia per l'aggiornamento delle proprie conoscenze attraverso lo studio della letteratura, banche dati, ecc.</li></ul>

<b>Valutazione</b>	
Modalità di verifica dell'apprendimento	Esame Orale
Criteri di valutazione	<ul style="list-style-type: none"><li>• <i>Conoscenza e capacità di comprensione:</i> La prova orale prevede la valutazione della conoscenza del programma con particolare riferimento alla comprensione di quesiti analitici qualitativi.</li><li>• <i>Conoscenza e capacità di comprensione applicate:</i> Durante le esercitazioni in laboratorio a posto singolo avverrà l'identificazione di sostanze incognite che prevede la compilazione di schede valutate dal docente.</li><li>• <i>Autonomia di giudizio:</i> Verrà valutata la capacità dello studente di applicare in autonomia la tecnica analitica più appropriata nella risoluzione dei quesiti analitici somministrati.</li><li>• <i>Abilità comunicative:</i> La prova orale terrà conto delle abilità comunicative dello studente in relazione ai contenuti del corso e all'applicazione critica degli stessi.</li><li>• <i>Capacità di apprendere:</i> L'esame orale darà la misura dell'apprendimento dello studente.</li></ul>
Criteri di misurazione dell'apprendimento e di attribuzione del voto finale	
<b>Altro</b>	