

<i>Attività formativa</i>	<b>37187 - ANALISI STRUMENTALE DI FARMACI</b>
<i>Modulo didattico</i>	Gruppo A + Gruppo B
<i>CFU</i>	6
<i>Ore</i>	62
<i>Metodo didattico</i>	lezioni frontali+ laboratorio
<i>Obiettivo formativo</i>	Al termine del corso, che prevede anche esercitazioni di laboratorio a posto singolo, lo studente - acquisisce le conoscenze relative ai metodi strumentali (HPLC, GC, HPLC-MS, fluorimetria, HPLC-DAD, UV-Vis, etc.) per la determinazione quantitativa di composti di interesse farmaceutico, riportati nelle monografie della farmacopea ufficiale italiana (F.U.I.) ed europea (Ph. Eur.); - è in grado di applicare le conoscenze acquisite a problemi reali (analisi quantitativa di formulazioni farmaceutiche) ed a nuove problematiche correlate al settore analitico farmaceutico.

<b><i>Tematica</i></b>			<b><i>Lezioni</i></b>		
<b>Tema</b>	<b>Obiettivo</b>	<b>Ore</b>		<b>Argomenti</b>	<b>Ore</b>
Introduzione	Lo studente conosce l'organizzazione dell'insegnamento e della modalità di verifica	1	1	Obiettivi del corso, programma, modalità di svolgimento, requisiti per sostenere l'esame ed acquisire la firma di frequenza, modalità di verifica delle conoscenze acquisite	1
Basi e validazione del metodo analitico	Lo studente conosce i parametri di base della convalida di un metodo analitico	2	2	Metodo dello standard esterno ed interno, metodo delle aggiunte standard. Accuratezza, precisione, ripetibilità e robustezza del metodo analitico. Parametri di convalida del metodo.	1
Spettroscopia UV-visibile nell'analisi quantitativa di farmaci.	Lo studente acquisisce le conoscenze sui diversi approcci basati sulla spettroscopia UV-vis per la determinazione quantitativa di farmaci in formulazioni farmaceutiche	4	3	Scelta della lunghezza d'onda e deviazioni della legge di Lambert-Beer. Spettrofotometria multicomponente e in derivata. Esempi di analisi di farmaci coformulati e di impurezze mediante spettroscopia in derivata. Concetto dello zero crossing. Spettroscopia differenziale.	2

Fluorimetria nell'analisi quantitativa di farmaci.	Lo studente acquisisce le conoscenze sui diversi approcci basati sulla fluorimetria per la determinazione quantitativa di farmaci in formulazioni farmaceutiche	6	4	Fluorimetria nell'analisi quantitativa di composti di interesse farmaceutico. Spettrofluorimetro, spettri di eccitazione e spettri di emissione. Resa quantica di fluorescenza. Analisi quantitativa di farmaci fluorescenti.	2
Cromatografia liquida ad alta prestazione	Lo studente acquisisce le conoscenze sugli approcci HPLC per l'analisi quantitativa di farmaci e sui recenti sviluppi volti a migliorare l'efficienza cromatografica.	12	5	Cromatografia liquida. principi della tecnica. Efficienza, selettività, risoluzione. Equazione di van Deemter. Fasi stazionarie classiche. Migliorare l'efficienza e ridurre i tempi di analisi.	1
			6	Effetti della riduzione delle dimensioni del materiale di impaccamento. Cromatografia ad alta temperatura. Uso di colonne monolitiche. UHPLC.	2
			7	Colonne LC con tecnologia fuse core. Cromatografia di adsorbimento e ripartizione. Analisi di farmaci polari: soppressione ionica e coppia ionica. Esempi tratti da farmacopea ufficiale europea. HILIC (Hydrophilic Interaction Chromatography).	2
Gas cromatografia	Lo studente acquisisce le conoscenze relative all'applicazione della gas cromatografia all'analisi qualitativa e quantitativa di farmaci	14	8	Gas cromatografia: accenni ai principi di base, strumentazione e colonne per GC. Applicazioni nel campo dell'analisi quantitativa di farmaci.	2

Analisi di farmaci chirali	Lo studente apprende le basi della spettrometria a luce polarizzata e dell'analisi enantioselettiva di farmaci chirali	18	9	Analisi enantioselettiva di farmaci chirali tramite tecniche cromatografiche. Metodo indiretto: derivatizzazione precolonna con reagenti a stereochimica definita. Metodo diretto: uso di fasi stazionarie enantioselettive. Fasi stazionarie chirali di tipo Pirkle, a scambio di ligando, a base di polisaccaridi e a base di proteine	2
			10	Dicroismo circolare: principi della tecnica. Eccesso enantiomerico. Applicazioni all'analisi di composti a stereochimica definita. Determinazione della configurazione assoluta di farmaci: metodo empirico e semiempirico. Cromatografia liquida accoppiata a dicroismo circolare. Fattore g e purezza enantiomerica. Applicazioni.	2
Spettrometria di massa	Lo studente acquisisce conoscenze sulle spettrometrie di massa più utilizzate nell'analisi dei farmaci sulle loro caratteristiche e utilizzi specifici	20	11	Accoppiamento HPLC-MS. Sorgenti ioniche per sistemi LC-MS: sorgenti ESI, APCI e APPI. Analizzatori di massa: analizzatore a trappola ionica, a quadrupolo (singolo e triplo) e a tempo di volo. Spettrometria di massa accoppiata al sistema MALDI. Applicazioni.	2
Esercitazione di laboratorio: analisi quantitativa UV-Vis di farmaci previa reazione cromogenica	Lo studente apprende ad utilizzare spettrofotometri a doppio raggio e la corretta preparazione dei campioni per analisi quantitative. Acquisisce conoscenze sull'uso di reagenti cromogeni		12	Analisi colorimetrica di acetilcisteina in farmaco generico	

Esercitazione di laboratorio:analisi HPLC	Lo studente acquisisce le nozioni di base per l'impostazione di una analisi mediante un sistema HPLC (iniezione, impostazione parametri, elaborazione dati) e applica le nuove conoscenze ad una analisi semplice senza retta di calibrazione27	27	13	Analisi HPLC-DAD di acido acetilsalicilico in compresse di aspirina Analisi HPLC-DAD di acido acetilsalicilico in compresse di aspirina	
Esercitazione di laboratorio: analisi UV-Vis in derivata prima analisi UV-Vis in derivata prima	Lo studente acquisisce conoscenze sull'applicazione dell'approccio in derivata prima all'analisi di impurezze		14	Analisi spettrofotometrica in derivata prima: valutazione presenza di acido salicilico come impurezza in compresse di aspirina	
Esercitazione di laboratorio:analisi HPLC di farmaco in crema	Lo studente acquisisce la capacità di effettuare la preparazione del campione di una formulazione in crema per l'analisi HPLC del principio attivo	34	15	Analisi HPLC-DAD di betametassone in Ecoval crema	
Esercitazione di laboratorio:analisi di stabilità	Lo studente acquisisce le conoscenze per effettuare un'analisi di stabilità mediante approccio spettrofotometrico. Lo studente apprende a confrontarsi con altri per l'analisi complessiva dei dati		16	Analisi spettrofotometrica in derivata prima della stabilità di acido acetilsalicilico in diverse condizioni di pH	
Esercitazione di laboratorio:analisi HPLC di sulfamidici da compresse	Lo studente acquisisce conoscenze sull'analisi quantitativa simultanea di più principi attivi mediante cromatografia liquida	41	17	Analisi HPLC-DAD di trimetoprin e sulfametossazolo in compresse	
Esercitazione di laboratorio:analisi fluorimetrica	Lo studente confronta la sensibilità del metodo fluorimetrico con quella del metodo spettrofotometrico e acquisisce conoscenze sull'utilizzo della fluorimetria nell'analisi quantitativa		18	Analisi fluorimetrica di chinina in acqua tonica	

Esercitazione di laboratorio:analisi in gas cromatografia	Lo studente apprende ad effettuare un'analisi quantitativa mediante gas cromatografia, incluso preparazione del campione ed iniezione	48	19	Analisi gas cromatografica di mentolo e canfora in Vicks Vaporub unguento per inalazioni	
Esercitazione di laboratorio:estrazione in fase solida	Lo studente acquisisce conoscenze sulle procedure di estrazione in fase solida per l'analisi quantitativa	55	20	Estrazione in fase solida (SPE) con cartucce SAX di ketoprofene racemico da farmaco. Preparazione delle fasi e del tampone e costruzione della retta di calibrazione.	
			21	Estrazione in fase solida (SPE) con cartucce SAX di ketoprofene racemico da farmaco. Analisi quantitativa previa estrazione SPE di un farmaco generico in capsule.	
Esercitazione di laboratorio:analisi enantioselettiva	Lo studente acquisisce conoscenze sull'analisi di un farmaco chirale mediante metodo diretto su colonna con fase stazionaria chirale	62	22	Analisi HPLC su fase stazionaria enantioselettiva di ketoprofene racemico. Calcolo eccesso enantiomerico e risoluzione.	
			23	Analisi HPLC su fase stazionaria enantioselettiva di ketoprofene (S) in compresse di Ketesse: analisi quantitativa e controllo dell'eccesso enantiomerico.	2