COURSE PROGRAM

A.Y.	SSD	COURSE	PROFESSOR	CFU
II° YEAR	CHIM/08	DRUG ANALYSIS – MOD.II	GAETANO BARBATO	8
	ATTENDANCE: 70% minimum	OFFICE HOURS: By e-mail appointment	e-mail/contact: gaetano.barbato@uniroma2.it	

SPECIFIC AIMS

Acquisition – both theory and practice – of fundamental rationale and chemical techniques that allow the isolation, description, chemical characterisation, wet-chemical and spectroscopical analyses of organic substances after isolating them out of mixtures.

LEARNING OUTCOMES:

Upon completion of the course, the student will possess basic knowledge regarding the chemical rationale, the criteria and techniques to perform an analyses on pharmaceutically active molecules and their mixtures. The knowledge acquired will enable the student to deal first theoretically and then layout an experimental analysis scheme carried out for the characterization and determination of the molecular composition and structure of pure compounds and of components of mixtures according to the procedures accepted in the Italian/European Pharmacopoeia. At the end of the laboratory activity, the student will be able to perform the basic operations of a organic chemical analysis laboratory (management of simple purification techniques and chemical classification test reactions for identification of functional groups) and analyse the outcomes of basic instrumental molecular structure analysis (like HCN molecular analysis, and several spectra from molecular instrumental methodologies such like MS-spectrometry, IR-Spectroscopy, NMR Spectroscopy). The student will learn how to combine all the collected experimental data into a coherent molecular structure, and how to elaborate a text detailing the results of their experiences and composing a technical laboratory report.

KNOWLEDGE AND UNDERSTANDING:

The course aims to enable the student to approach experimental chemical practice correctly. In particular, the course's main objectives are to provide adequate theoretical knowledge and a modus operandi in implementing some basic analytical methods for identifying pharmaceutical ingredients and performing assays on pharmaceutical preparations. The fundamental principles of pharmaceutical analytical chemistry will be illustrated in the lectures and put into practice in subsequent laboratory exercises.

APPLYING KNOWLEDGE AND UNDERSTANDING:

The students have the opportunity to demonstrate the knowledge acquired through laboratory tests aimed at recognizing pharmaceutical ingredients, determining their purity, and their molecular structure.

MAKING JUDGEMENTS:

The laboratory tests will be focused on making the students autonomous in the operational modalities, in the critical attitude of interpreting the results obtained through a test on different samples, to link the different experiences in a more general picture of a molecular analysis strategy.

COMMUNICATION SKILLS:

The presentation of a written Laboratory Report and the subsequent oral discussion should help the student communicate his results with a critical spirit

LEARNING SKILLS:

During the course students should develop the learning skills to allow them to continue studying in a self-directed and autonomous way.

OBIETTIVI E RISULTATI DI APPRENDIMENTO

Acquisizione – entrambe teoriche e pratiche – del razionale e delle tecniche chimiche che consentano l'isolamento, la descrizione, la caratterizzazione chimica, l'analisi di laboratorio e spettroscopica di sostanze organiche pure o dopo averle isolate da miscele.

OBIETTIVI FORMATIVI:

Al termine del corso lo studente possiede conoscenze di base sul razionale chimico, i criteri e le tecniche per condurre l'analisi di molecole farmacologicamente attive e loro miscele. La conoscenza acquisita metterà in grado lo studente di delineare prima teoricamente e successivamente proporre uno schema di analisi sperimentale da svolgere per la caratterizzazione e la determinazione della composizione e della struttura moleocolare di composti puri e di componenti di miscele secondo le procedure accettate nella Farmacopea Italiana/Europea. Al termine dell'attività di laboratorio lo studente sarà in grado di eseguire le operazioni di base di un laboratorio analitico di chimica organica (conduzione di semplici tecniche di purificazione e classificazione dei composti mediante reazioni chimiche specifiche

per identificazione di gruppi funzionali), e analizzare i risultati di metodologie di analisi molecolare strumentale (come analisi molecolare HCN, e diverse metodologie spettroscopiche quali Spettrometria di Massa, e le Spettroscopie IR ed NMR). Lo studente apprenderà come combinare tutti i diversi dati sperimentali acquisiti durante le analisi per ottenere una struttura molecolare coerente con i dati, e come elaborare un testo che dettagli i risultati delle loro esperienze e comporre un Report Tecnico di Laboratorio.

CONOSCENZA E CAPACITÀ DI COMPRENSIONE:

Il corso si propone di portare lo studente a essere in grado di affrontare correttamente la pratica chimica sperimentale. In particolare, gli obiettivi principali del corso sono quelli di fornire adeguate conoscenze teoriche e un adeguato modus operandi nell'applicazione di semplici metodi analitici per l'identificazione di ingredienti farmaceutici e l'esecuzione di saggi su preparazioni farmaceutiche. I principi fondamentali della chimica analitica farmaceutica saranno illustrati nelle lezioni frontali e messi in pratica nelle successive esercitazioni in laboratorio.

CAPACITÀ DI APPLICARE CONOSCENZA E COMPRENSIONE:

Gli studenti hanno l'opportunità di dimostrare le conoscenze acquisite attraverso test di laboratorio volti a riconoscere gli ingredienti farmaceutici, a determinare la loro purezza e la loro struttura molecolare.

AUTONOMIA DI GIUDIZIO:

Le prove di laboratorio saranno focalizzate a rendere gli studenti autonomi nelle modalità operative, nell'atteggiamento critico di interpretazione dei risultati ottenuti attraverso un test su campioni diversi, a legare le diverse esperienze in un quadro più generale di una strategia di analisi molecolare.

ABILITÀ COMUNICATIVE:

La presentazione di un Report di Laboratorio scritto e la successiva discussione orale dovrebbe aiutare lo studente nel comunicare i propri risultati con spirito critico

CAPACITÀ D'APPRENDIMENTO

Durante il corso gli studenti dovrebbero aver sviluppato quelle capacità di apprendimento che consentano loro di continuare a studiare per lo più in modo auto-diretto o autonomo.

PREREQUISITES

To access the exam is mandatory to have passed the exams of: General and Bio-inorganic Chemistry, Applied Physics, Organic Chemistry, and Drug Analysis module I

PREREQUISITI

Per l'accesso all'esame è necessario avere superato gli esami di Chimica Generale e Bio-inorganica, Fisica Applicata, Chimica Organica e il modulo I di Drug Analysis.

PROGRAM

The module will consist of lessons in which the theory behind different techniques for isolating and characterising organic substances (both in wet-lab and spectroscopically) are covered, and a practical part, in which the theoretically discussed separation techniques and wet-chemical analyses are performed in the lab, and results will be analyzed.

The following topics are covered:

Safety in the laboratory and good laboratory practices; Forces determining the physical state of substances, Phase Diagrams, determination of physical properties of a sample (including rational solubility tests, melting and boiling point analyses, physical separation techniques: filtration, crystallization/recrystallization, TLC chromatography and retention factors, Raoult's Law, sublimation, fractionation, distillation, azeotropes, Liquid-liquid extraction, soxhlet extraction); systematic qualitative wet-chemical analysis methods targeting specific functional groups: reaction identification tests, analyses and interpretation of collected data sets; links between traditional wet-chemical separation and Instrument-based analyses methods: HCN analysis, MS spectra, IR spectra, 1H-NMR spectra. Structural determination of unknown molecules from the experimental data. Laboratory will be focused on: organoleptic analyses and solubility of chemical samples; calcination; Melting Point determination, Liquid-Liquid extraction, Survey of functional group identification tests reactions in small molecules of pharmacological interest; integration with spectroscopical data to solve molecular structures.

PROGRAMMA

Il modulo consisterà di lezioni in cui verra esaminata la teoria sottostante alle diverse tecniche per isolare e caratterizzare sostanze organiche (mediante laboratorio tradizionale e spettroscopia), e una parte pratica di laboratorio in cui le tecniche di separazione e analisi esaminate in teoria verranno eseguite in laboratorio, e i risultati analizzati.

I seguenti argomenti verranno trattati:

Sicurezza nel laboratorio e buone pratiche di laboratorio; Forze che determinano lo stato fisico delle sostanze, Diagrammi di Fase, determinazione delle proprietà fisiche di un campione (incluso razionale dei test di solubilità, analisi della Temperature di Fusione e di Ebollizione, tecniche di separazione fisica: filtrazioni, cristallizzazione/recristallizzazione, Cromatografia TLC e fattore di ritenzione, Legge di Raoult e suoi utilizzi, sublimazione, frazionamento, distillazione, azeotropi, estrazione liquido-liquido, estrazione mediante Soxhlet); metodiche di analisi sistematica di laboratorio tradizionale per identificazione di specifici gruppi funzionali: test mediante reazioni di identificazioni specifiche di gruppi funzionali e analisi e interpretazione dei dati raccolti;

collegamento tra analisi tradizionale e metodologie di analisi strumentali: analisi HCN, Spettrometria MS, Spettroscopia IR e 1H-NMR. Caratterizzazione strutturale di molecole ignote dai dati sperimentali.
Il Laboratorio sarà focalizzato su: analisi organolettica e solubilità di campioni chimici; calcinazione; determinazione del punto di fusione; estrazione liquido-liquido; panoramica di reazioni d'identificazione di gruppi funzionali in piccole molecole di interesse farmacologico; integrazione con dati spettroscopici per risolvere le strutture molecolari.

TEXTBOOKS

Lesson Slides distributed by the professor and specific chapters from:

- Macroscale andMicroscale Organic Experiments. 7th ed. K. L. Williamson, K.M. Masters, 2016, Cengage Learning. ISBN 978-1-305-57719-0
- Vogel's TextBook of Practical Organic Chemistry, 5th ed., 1989 (or later editions), Longman Scientific & Technical, John Wiley & Sons Inc. New York. ISBN 0-470-21414-7
- The spectrometric identification of organic compounds. Silverstein, Webster, Kiemle. 7th edition (2005) or more recent, Wiley & sons. ISBN-10: 0471393622

TESTI ADOTTATI

Diapositive delle Lezioni distribuite dal professore e capitoli specifici da:

- Macroscale andMicroscale Organic Experiments. 7th ed. K. L. Williamson, K.M. Masters, 2016, Cengage Learning. ISBN 978-1-305-57719-0
- Vogel's TextBook of Practical Organic Chemistry, 5th ed., 1989 (or later editions), Longman Scientific & Technical, John Wiley & Sons Inc. New York. ISBN 0-470-21414-7
- The spectrometric identification of organic compounds. Silverstein, Webster, Kiemle. 7th edition (2005) or more recent, Wiley & sons. ISBN-10: 0471393622

EXAM METHOD

Written test (multiple choice and free text questions) on theory and its use on practical applications; oral part is theory-based.

MODALITA' D'ESAME

Parte scritta (quesiti a risposta multipla e domande a testo libero) esercizi su teoria e applicazioni pratiche; la parte orale è basata sulla teoria.

EVALUATION

Failed exam: Poor or lacking knowledge and understanding of the topics; limited ability to analyze and summarize data and information, frequent generalizations of the requested contents; inability to use technical language.
18-20: Barely sufficient knowledge and understanding of the topics, with obvious imperfections; barely enough ability to analyze and summarize data and information; limited autonomy of judgment; poor ability to use technical language.
21-23: Sufficient knowledge and understanding of the topics; sufficient ability to analyze and summarize data with the ability to reason with logic and coherence with the required contents; enough capacity to use technical language.
24-26: Fair knowledge and understanding of the topics; adequate ability to analyze and summarize data and information with the ability to rigorously discuss the required contents; good ability to use technical language.
27-29: Good knowledge without gaps and understanding of the required contents; good ability to analyze and summarize data and information together with the ability to rigorously discuss and present the necessary contents; good ability to use technical language.
30-30L: Excellent knowledge without gaps and understanding of the required contents with an excellent ability to analyze and synthesize data and information with the ability to discuss and present the necessary contents in a rigorous, innovative, and original way; excellent ability to use technical language.

VALUTAZIONE

Non idoneo: Scarsa o carente conoscenza e comprensione degli argomenti; limitate capacità di analisi e sintesi, frequenti generalizzazioni dei contenuti richiesti; incapacità di utilizzo del linguaggio tecnico.
18-20: Appena sufficiente conoscenza e comprensione degli argomenti, con evidenti imperfezioni; appena sufficienti capacità di analisi, sintesi e autonomia di giudizio; scarsa capacità di utilizzo del linguaggio tecnico.
21-23: Sufficiente conoscenza e comprensione degli argomenti; sufficiente capacità di analisi e sintesi con capacità di argomentare con logica e coerenza i contenuti richiesti; sufficiente capacità di utilizzo del linguaggio tecnico.
24-26: Discreta conoscenza e comprensione degli argomenti; discreta capacità di analisi e sintesi con capacità di argomentare in modo rigoroso i contenuti richiesti; discreta capacità di utilizzo del linguaggio tecnico.
27-29: Buona conoscenza senza carenze evidenti e comprensione dei contenuti richiesti; buona capacità di analisi e sintesi con capacità di argomentare in modo rigoroso i contenuti richiesti; buona capacità di utilizzo del linguaggio tecnico.
30-30L: Ottimo livello di conoscenza senza carenze evidenti e comprensione dei contenuti richiesti con un'ottima capacità di analisi e sintesi con capacità di argomentare in modo rigoroso, innovativo e originale, i contenuti richiesti; ottima capacità di utilizzo del linguaggio tecnico.