



UNIVERSITÀ DI PISA

ANALISI DEI MEDICINALI II

ANNA MARIA MARINI

Anno accademico	2018/19
CdS	FARMACIA
Codice	034CC
CFU	9

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
ANALISI DEI MEDICINALI II	CHIM/08	LEZIONI	97	ELISABETTA BARRESI ANNA MARIA MARINI FRANCESCA SIMORINI

Obiettivi di apprendimento

Conoscenze

Il corso ha lo scopo di fornire agli studenti le nozioni teoriche e pratiche delle principali tecniche di analisi quantitativa di sostanze, anche di interesse farmaceutico, secondo quanto stabilito dalla Farmacopea Italiana o da altri protocolli analitici internazionali.

Modalità di verifica delle conoscenze

Valutazione Finale

Capacità

Conoscenza ed uso delle apparecchiature ed attrezzature di laboratorio. Uso della bilancia analitica e degli strumenti per la misura del volume dei liquidi. Prelievo di volumi noti, riduzione a volume noto e diluizioni. Preparazione e standardizzazione di soluzioni necessarie all'esecuzione delle analisi. Identificazione e applicazione di una metodica analitica appropriata.

Modalità di verifica delle capacità

Esercitazioni pratiche in laboratorio con verifica del risultato.

Comportamenti

Modalità di organizzazione nello svolgimento delle esercitazioni pratiche in laboratorio, individuali o di gruppo.

Modalità di verifica dei comportamenti

Verifica delle metodiche adottate e del risultato ottenuto.

Prerequisiti (conoscenze iniziali)

Per motivi di sicurezza la frequenza delle esercitazioni pratiche di laboratorio è subordinata al superamento dell'esame di Chimica Generale e alla frequenza dei corsi di Analisi dei medicinali I.

Indicazioni metodologiche

Per l'apprendimento degli argomenti trattati è fondamentale il superamento dell'esame di Chimica Generale e la frequenza dei corsi di Analisi dei medicinali I, di Chimica Analitica e di Chimica organica, è inoltre consigliato il superamento dei relativi esami.

Programma (contenuti dell'insegnamento)

Programma:

Introduzione: scopo dell'analisi quantitativa e sua applicazione ai farmaci; classificazione delle metodiche analitiche: metodi chimici e chimico-fisici, Bilancia analitica.

Analisi gravimetrica: teoria (quantità di precipitante), tecniche, apparecchiature; precipitazione, forma e digestione dei precipitati, coprecipitazione, filtrazione, lavaggio, essiccamento e calcinazione. Calcolo del risultato, fattore gravimetrico. Determinazioni: sali di ferro, solfati, alcune sostanze della FUI X (Piombo Acetato).

Analisi volumetrica: teoria, classificazione dei metodi, pesi equivalenti, sostanze madri, tecniche ed apparecchiature.



UNIVERSITÀ DI PISA

Acidimetria ed alcalimetria in ambiente acquoso: teoria degli indicatori, curve di neutralizzazione e criteri di scelta degli indicatori. Titolazione di acidi forti, basi forti, acidi deboli e basi deboli (curve di titolazione, limitazioni, scelta dell'indicatore). Titolazioni di acidi deboli poliprotici, casi generali, alcuni esempi (H_2SO_3 , H_2CO_3 , H_3PO_4). Preparazione di soluzioni di NaOH e HCl e relativa standardizzazione (sostanze madri). Sostanze della FUI: acido citrico, acido lattico, acido acetilsalicilico, teofillina, propiltiouracile. Titolazione di sali di tipo AM (es.: NaCN , Na_2CO_3), determinazione di miscele di Idrossidi e Carbonati, metodi applicativi e calcoli.

Acidimetria ed alcalimetria in ambiente non acquoso: teoria, classificazione dei solventi (K autoprotolisi) e dei titolanti, calcolo della concentrazione idrogenionica, applicazioni.

Titolazioni per precipitazione:

Argentimetria: teoria, curve di titolazione, relative osservazioni e determinazione del punto finale. Preparazione e standardizzazione di AgNO_3 e KSCN . Metodo Mohr, applicabilità e limitazioni. Metodo di Volhard: applicabilità e limitazioni. Indicatori di adsorbimento (Fluoresceina ed Eosina), proprietà ed usi. Determinazione del Cianuro, metodi di Liebig e Deniges. Titolazione di Hg^{++} con KSCN . Analisi di miscele di alogenuri, analisi indiretta: applicazioni e calcoli.

Titolazioni complessometriche: teoria, agenti chelanti, EDTA, K di stabilità e K effettiva stabilità, fattori che influenzano la K, pH e altre specie complessanti. Curve di titolazione, punto finale, indicatori cromatici, Titolazioni complessometriche: dirette, indirette, di ritorno, simultanee, di spostamento, fenomeno del mascheramento. Durezza di un'acqua, totale, temporanea, permanente, metodo di determinazione, unità di misura $^\circ\text{F}$, $^\circ\text{T}$ e correlazione tra loro. Metodi applicativi e calcoli.

Titolazioni con trasferimento di elettroni: generalità, equazione di Nernst. Curve di titolazione, calcolo del potenziale al punto equivalente, indicatori utilizzabili, criteri di scelta.

Permanganometria: teoria, preparazione e standardizzazione di soluzioni di KMnO_4 , calcolo del peso equivalente e della normalità, loro correzione. Determinazioni di sali ferrosi (metodo di Zimmermann), sali di Calcio e Bario, Sali di Mn^{++} secondo Volhard. Determinazione del titolo di una soluzione di Acqua ossigenata (FUI X).

Iodometria/Iodimetria: teoria, preparazione e standardizzazione di una soluzione di Iodio. Preparazione e standardizzazione di una soluzione di Tiosolfato di Sodio. Determinazioni iodometriche (vitamina C, miscele HS/S). Determinazioni iodometriche: fenoli e derivati, ipocloriti, antibiotici beta-lattamici. Determinazioni in HCl 4N (ICl).

Potenzimetria: generalità, Elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori, requisiti e classificazione. Elettrodo a membrana di vetro, determinazione potenziometrica del pH, titolazioni acido-base, curva di titolazione: costruzione ed uso, determinazione del punto finale.

Titolazioni amperometriche: Determinazione dell'acqua secondo Karl-Fischer, teoria, curva di titolazione, determinazione del punto finale. Determinazione di ammine primarie aromatiche, preparazione e standardizzazione di soluzioni di nitrito di sodio, determinazione del punto finale. Alcune sostanze della FUI, Sulfamidici.

Analisi di composti organici: determinazione dell'ammoniaca o dell'N secondo Kjeldahl. Analisi della % di C, H, N. Analisi di alcuni gruppi funzionali di composti organici: acidi, ammine, fenoli, derivati carbonilici, esteri, alcoli, glicoli, alcheni, alchini.

Spettrofotometria: generalità, spettri di assorbimento, λ_{max} , legge di Lambert-Beer. Spettrofotometro (schema dello strumento). Analisi UV/Visibile: Trasmissione, Opacità, Assorbimento. Modo di esprimere le costanti e loro correlazione. Retta di taratura, calcolo della pendenza. Determinazione di sali di rame. Analisi UV-visibile di miscele di sostanze. **Cromatografia:** cenni teorici, cromatografia di adsorbimento e di ripartizione. Metodiche varie: strato sottile, cromatografia su colonna, cromatografia Flash, HPLC, gas-cromatografia. Determinazioni quantitative mediante TLC e densitometria.

Esercitazioni pratiche (obbligatorie):

Conoscenza ed uso delle apparecchiature ed attrezzature di laboratorio, operazioni ricorrenti. Uso delle bilance analitiche, misure del volume dei liquidi, prelievo di volumi noti, riduzione a volume noto e diluizioni.

Preparazione e standardizzazione delle soluzioni (HCl , NaOH , I_2 , AgNO_3 , KCNS , KMnO_4 , EDTA) necessarie all'esecuzione delle analisi:

1. Analisi volumetriche:

Determinazione del titolo di soluzioni diluite di HCl
Determinazione di un campione contenente Cl^- secondo Mohr
Determinazione di un campione contenente Cl^- secondo Volhard
Determinazione di un campione contenente Vitamina C
Determinazione di un campione contenente Acido Acetilsalicilico
Determinazione permanganometrica di un campione contenente sali di Calcio
Determinazione della Durezza di un'Acqua

1. Analisi strumentali:

Titolazione potenziometrica di soluzioni di HCl
Determinazione colorimetrica di un campione contenente sali di Cu^{++}
Dosaggio di un campione mediante TLC e analisi densitometrica (UV).

Bibliografia e materiale didattico

Testi ufficiali

G. C. Porretta, *Analisi quantitativa di composti farmaceutici*, CISU, Roma.

E. Abignente, D. Melisi, M.G. Rimoli, *Principi di Analisi Quantitativa dei Medicinali*, Loghìa, Napoli.

Testi consigliati

J.M. Kolthoff, E.B. Sandell, *Analisi chimica quantitativa*, Piccin Padova, 1974.

D.A. Skoog, D.H. West, *Fundamentals of analytical chemistry*, Saunders College Publishing, VI Ed. 1992

L.F. Hamilton, S.G. Simpson *Calcoli stechiometrici e problemi di chimica analitica*, Piccin Padova, II Ed. 197

Farmacopea Ufficiale X ed XI Ed.



Modalità d'esame

L'esame consiste in una prova scritta, comprendente esercizi applicativi, ed una successiva prova orale.

Ultimo aggiornamento 25/09/2018 10:18