



UNIVERSITÀ DI PISA

ANALISI DEI MEDICINALI I

ANNA MARIA MARINI

Anno accademico 2019/20
CdS FARMACIA
Codice 295CC
CFU 12

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
ANALISI QUALITATIVA	CHIM/08	LEZIONI	71	SIMONE BERTINI
ANALISI QUANTITATIVI	CHIM/08	LEZIONI	68	ANNA MARIA MARINI

Obiettivi di apprendimento

Conoscenze

Modulo di Qualitativa: Attraverso l'apprendimento teorico pratico della tecnica di analisi qualitativa di composti inorganici, indispensabile per il riconoscimento delle sostanze di tale natura descritte nella *Farmacopea Ufficiale Italiana* (F. U.), il corso si propone l'obiettivo di una migliore comprensione dei meccanismi riguardanti i fenomeni chimici tipici della chimica inorganica in soluzione acquosa, comprendendo anche quelli che avvengono nell'organismo. Tali basi di conoscenza sono di fondamentale importanza per i successivi studi sia delle materie a carattere chimico che biologico.

Poiché il corso prevede esercitazioni di laboratorio individuali ed obbligatorie, consente allo studente l'apprendimento della pratica sperimentale chimica per operare in maniera corretta, accurata e consapevole. A tale scopo, i principi fondamentali dell'analisi chimica qualitativa applicata, in particolare, alle sostanze inorganiche di interesse farmaceutico e tossicologico vengono illustrati nelle lezioni frontali ed immediatamente messi in pratica nelle successive esercitazioni.

Modulo di Quantitativa: 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

Modulo di Qualitativa: Il corso prevede esercitazioni individuali in laboratorio (45 ore), quindi il continuo contatto tra docente e studenti rende possibile una costante verifica dell'apprendimento.

La verifica dell'acquisizione delle conoscenze avverrà attraverso la valutazione delle attività di laboratorio e attraverso lo svolgimento di una prova d'esame scritta riguardante tutto il programma svolto.

Modulo di Quantitativa: Valutazione finale.

Capacità

Modulo di Qualitativa: Alla fine del corso, lo studente saprà affrontare l'analisi un campione di natura inorganica. Inoltre, sarà in grado di identificare il sale incognito o la miscela di sali incogniti e di presentare i risultati dell'analisi svolta in una relazione scritta.

Modulo di Quantitativa: 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

Modulo di Qualitativa: Durante le esercitazioni individuali di laboratorio, sarà valutata la capacità dello studente di affrontare l'analisi di un campione incognito, la precisione delle operazioni svolte e la capacità di arrivare ad un risultato.

Modulo di Quantitativa: Esercitazioni pratiche individuali in laboratorio con verifica del risultato.

Comportamenti

Modulo di Qualitativa: Lo studente potrà saper affrontare l'analisi chimica qualitativa inorganica, l'elaborazione dei risultati ottenuti e la redazione di una relazione scritta.

Modulo di Quantitativa: Sarà valutata la capacità di organizzazione nello svolgimento delle esercitazioni pratiche in laboratorio, individuali o di gruppo.

Modalità di verifica dei comportamenti



UNIVERSITÀ DI PISA

Modulo di Qualitativa: La verifica dei comportamenti sarà effettuata durante l'attività di laboratorio. Saranno altresì valutati il grado di precisione delle attività svolte e la capacità di interpretare i dati ottenuti che porteranno al risultato finale. Sarà richiesta una breve relazione scritta delle attività di laboratorio svolte.

Modulo di Quantitativa: Verifica delle metodiche adottate e del risultato ottenuto. Viene richiesta una breve relazione sulla metodica adottata con indicazione del calcolo eseguito.

Prerequisiti (conoscenze iniziali)

Modulo di Qualitativa: Per sostenere l'esame si richiede, come propedeuticità obbligatoria, il superamento dell'esame di Chimica Generale e Inorganica. Per l'accesso alle esercitazioni pratiche di laboratorio, si richiede il superamento almeno della prova scritta di Chimica Generale e Inorganica.

Per poter accedere al laboratorio, è obbligatorio seguire le lezioni sulla sicurezza ed igiene in ambiente di lavoro.

Modulo di Quantitativa: Per motivi di sicurezza la frequenza delle esercitazioni pratiche di laboratorio è subordinata al superamento dell'esame di Chimica Generale.

Indicazioni metodologiche

Modulo di Qualitativa: Il corso si svolgerà mediante lezioni frontali ed attività pratiche di laboratorio.

Le attività di laboratorio consisteranno in analisi individuali di campioni incogniti.

Modulo di Quantitativa: Per l'apprendimento degli argomenti trattati è fondamentale il superamento dell'esame di Chimica Generale e la frequenza del corso di Chimica Analitica.

Programma (contenuti dell'insegnamento)

Modulo di Qualitativa:

Parte teorica del corso:

Introduzione all'analisi qualitativa inorganica. Applicazione dei concetti di base della chimica delle soluzioni finalizzata all'identificazione di singoli composti inorganici o metallorganici o di miscele di composti inorganici attraverso l'analisi per via secca e per via umida. *Analisi per via secca:* saggio alla fiamma per la ricerca di alcuni cationi. *Analisi per via umida:* identificazione sia di anioni che di cationi, anche in miscela fra loro. Gli anioni acetato, solfuro, borato, carbonato, solfito, tiosolfato, cloruro, bromuro, ioduro, ossalato, arsenito, fosfato, arseniato, cromato, bicromato, solfato e nitrato vengono identificati attraverso l'utilizzo di una ricerca sistematica applicabile sia a sali singoli che a miscele di sali solubili. L'analisi dei cationi Ag^+ , Pb^{2+} (cenni), Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , Li^+ , K^+ , è effettuata attraverso l'applicazione di una specifica sistematica di ricerca applicabile sia a sali singoli che a miscele. La *Farmacopea Ufficiale Italiana (F. U.)*, *XII Ed.*: che cos'è e quali sono i suoi contenuti. Parti e capitoli in cui essa è suddivisa, con particolare riferimento alle monografie. Analisi delle sostanze inorganiche e di alcune sostanze metallorganiche iscritte nella F. U.

Parte teorico-pratica del corso:

Norme di sicurezza in un laboratorio chimico. Esercitazioni individuali di laboratorio volte alla ricerca ed identificazione di anioni, cationi e di miscele di sali inorganici. Riconoscimento di sostanze iscritte nella F. U., sia di natura inorganica che organometallica (per la sola componente inorganica), utilizzando le metodologie previste sia dall'analisi qualitativa classica, che dalla stessa F. U.

Modulo di Quantitativa:

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), precipitazione, forma e digestione dei precipitati, filtrazione, lavaggio, essiccamento e/o calcinazione, pesata, calcolo del risultato, fattore gravimetrico. Determinazioni: sali di ferro, solfati.

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

Acidimetria ed alcalimetria in ambiente acquoso: curve di neutralizzazione e criteri di scelta degli indicatori, funzionamento e uso. 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_2CO_3 , H_3PO_4). Preparazione di soluzioni di NaOH e HCl e relativa standardizzazione (sostanze madri). Sostanze della FUI: acido citrico, acido acetilsalicilico. 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, applicazioni.

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. Determinazione del Cianuro, metodi di Liebig e Deniges. 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 °F e °T. 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: preparazione e standardizzazione di soluzioni di $KMnO_4$, calcolo del peso equivalente e della normalità in funzione del pH, loro correlazione. Determinazioni di sali ferrosi (metodo di Zimmermann), sali di Calcio e Bario, Sali di Mn^{2+} 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, SO_3^{2-}). Determinazioni iodometriche: fenoli e derivati, ipocloriti. Potenziometria: generalità, Elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori. Elettrodo a membrana di vetro, determinazione potenziometrica del pH, curva di titolazione: costruzione e determinazione del punto finale.

Titolazioni amperometriche: Determinazione dell'acqua secondo Karl-Fischer, teoria, curva di titolazione, determinazione del punto finale.

Analisi di composti organici: determinazione dell'ammoniaca e del contenuto di N secondo Kjeldahl.



UNIVERSITÀ DI PISA

Spettrofotometria: generalità, spettri di assorbimento, λ_{max} , legge di Lambert-Beer. Spettrofotometro (schema dello strumento). Analisi UV/Visibile: Trasmittanza, Assorbanza. 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.

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 (NaOH, I₂, AgNO₃, KCNS, KMnO₄, 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 permanganometrica di un campione contenente sali di Calcio, Determinazione della Durezza di un'Acqua.
2. 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 UV.

Bibliografia e materiale didattico

Modulo di Qualitativa:

Testi consigliati:

- A. Araneo, Chimica analitica qualitativa. Metodo periodale. 3° Edizione, Ed. Ambrosiana, Milano.
- F. P. Treadwell, Chimica Analitica, Vol. I, Ed. Vallardi, Milano.
- I. Tuccari Parigi, Chimica Analitica Qualitativa, Ed. ATLAS, Bergamo.
- Vogel's, Qualitative Inorganic Analysis, 7th edition, Ed. Longman, Harlow, England.
- Farmacopea Ufficiale della Repubblica Italiana (XII Ed.).

Modulo di Quantitativa:

- E. Abignente, D. Melisi, M.G. Rimoli, *Principi di Analisi Quantitativa dei Medicinali*, Seconda edizione (2011) Loghia Publishing, Napoli.
- A. Carrieri, *Manuale di Analisi Quantitativa dei Medicinali*, (2019) Edises, Napoli.
- G.C. Porretta, *Analisi quantitativa di composti farmaceutici*, Quarta edizione (1990) CISU, Roma.

Modalità d'esame

Modulo di Qualitativa: L'esame prevede lo svolgimento di una prova scritta riguardante tutto il programma svolto.

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

Ultimo aggiornamento 28/11/2019 12:07