



# UNIVERSITÀ DI PISA

## ANALISI DEI MEDICINALI I

SUSANNA NENCETTI

Academic year **2019/20**  
Course **FARMACIA**  
Code **295CC**  
Credits **12**

Modules	Area	Type	Hours	Teacher(s)
ANALISI QUALITATIVA	CHIM/08	LEZIONI	71	SUSANNA NENCETTI
ANALISI QUANTITATIVI	CHIM/08	LEZIONI	68	FRANCESCA SIMORINI

### Obiettivi di apprendimento

#### *Conoscenze*

Modulo di Analisi Qualitativa: Lo studente acquisirà conoscenze sulle metodologie per il riconoscimento di cationi e anioni con particolare riferimento ai composti inclusi nella Farmacopea Ufficiale XII ed.

Modulo di Analisi 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 Analisi Qualitativa: La verifica dell'acquisizione delle conoscenze avverrà attraverso la valutazione delle attività di laboratorio e una prova d'esame scritta.

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

#### *Capacità*

Alla fine del corso:

Modulo di Qualitativa: lo studente saprà affrontare l' analisi un campione di natura inorganica incognito.

Lo studente sarà in grado di identificare il sale incognito o la miscela di sali incogniti e di presentare in una relazione scritta i risultati dell' analisi svolta.

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 lezioni 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. Tali risultati saranno riportati in una breve relazione che descriverà l'attività analitica svolta .

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

#### *Comportamenti*

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, individuali o di gruppo, in laboratorio.

#### *Modalità di verifica dei comportamenti*



# UNIVERSITÀ DI PISA

La verifica dei comportamenti sarà effettuata durante l'attività di laboratorio e saranno valutati il grado precisione delle attività svolte, 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)

Propedeuticità: Chimica generale

E' obbligatorio seguire le lezioni sulla sicurezza e igiene in ambiente di lavoro per poter accedere al laboratorio.

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

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

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

## Programma (contenuti dell'insegnamento)

Modulo Qualitativa: Parte teorica del corso

Introduzione all'analisi farmaceutica: Farmacopea ufficiale Italiana (F.U. XII Edizione) e metodi ufficiali di analisi. Scopi dell'analisi qualitativa inorganica e sua utilizzazione nel riconoscimento di composti di interesse farmaceutico. Saggi preliminari sui campioni inorganici di interesse farmaceutico.

Analisi per via secca. Saggio alla fiamma per la ricerca di alcuni cationi Cenni di spettroscopia atomica.

Analisi per via umida nella ricerca di anioni e cationi inorganici anche in miscela fra loro. L'analisi per via secca prevede l'utilizzo di tecniche spettroscopiche e saggi specifici per l'identificazione di anioni, cationi e sostanze metallorganiche. L'analisi per via umida consente l'identificazione sia di anioni che di cationi. 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 sistematica di ricerca applicabile sia a sali singoli che a miscele di composti solubili e a composti o miscele resi solubili attraverso la preparazione della soluzione alcalina.

L'analisi dei cationi  $Pb^{++}$ ,  $Ag^{+}$ ,  $Hg^{++}$ ,  $Bi^{+++}$ ,  $Cu^{++}$ ,  $Mn^{++}$ ,  $Fe^{+++}$ ,  $Al^{+++}$ ,  $Zn^{++}$ ,  $Ca^{++}$ ,  $Sr^{++}$ ,  $Ba^{++}$ ,  $Mg^{++}$ ,  $Na^{+}$ ,  $Li^{+}$ ,  $K^{+}$ , è effettuata attraverso l'applicazione di una specifica sistematica di ricerca sia a sali singoli che a miscele.

Analisi della sostanze inorganiche e di molte sostanze metallorganiche iscritte nella F.U. Anioni e cationi presenti in composti di interesse farmaceutico e/o tossicologico e loro riconoscimento in base alle principali metodologie di identificazione previste dalla FU XII ed.

Saggi limite secondo la FU XII ed.

Nozioni sull'attività farmacologica e tossicologica degli elementi e dei composti inorganici di interesse farmaceutico descritte nella F.U. XII ed.

Parte teorico-pratica del corso

Norme di sicurezza in un laboratorio chimico.

Esercitazioni individuali di laboratorio volte alla ricerca ed individuazione di anioni e cationi. Riconoscimento di sostanze iscritte nella Farmacopea Italiana sia di natura inorganica che organometallica (per la sola componente inorganica) utilizzando le metodologie previste sia dall'analisi qualitativa classica sia 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, essiccamiento e/o calcinazione, pesata, calcolo del risultato, fattore gravimetrico. Determinazioni: sali di ferro, sulfati.

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  $^{\circ}F$  e  $^{\circ}T$ . 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,



# UNIVERSITÀ DI PISA

loro correlazione. Determinazioni di sali ferrosi (metodo di Zimmermann), sali di Calcio e Bario. Determinazione del titolo di una soluzione di Acqua ossigenata (FUI XII Ed).

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<sub>3</sub><sup>2-</sup>). 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.

Spettrofotometria: generalità, spettri di assorbimento, lambda 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. Determinazione di sali di rame.

Cromatografia: cenni teorici, cromatografia di adsorbimento e di ripartizione. Cromatografia su strato sottile. 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, I<sub>2</sub>, AgNO<sub>3</sub>, KCNS, KMnO<sub>4</sub>, EDTA) necessarie all'esecuzione delle analisi:

Analisi volumetriche: Determinazione del titolo di soluzioni diluite di HCl, Determinazione di un campione contenente Cl<sup>-</sup> secondo Mohr, Determinazione di un campione contenente Cl<sup>-</sup> secondo Volhard, Determinazione di un campione contenente Vitamina C, Determinazione permanganometrica di un campione contenente sali di Calcio, Determinazione della Durezza di un'Acqua.

Analisi strumentali: Titolazione potenziometrica di soluzioni di HCl, Determinazione colorimetrica di un campione contenente sali di Cu<sup>++</sup>, Dosaggio di un campione mediante TLC e analisi UV.

## Bibliografia e materiale didattico

### Modulo Qualitativa

Araneo: Chimica Analitica Qualitativa -Metodo periodale- 3<sup>a</sup> Ed. (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 Quantitativa

#### Testi consigliati.

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

Farmacopea Ufficiale della Repubblica Italiana XII Ed.

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

A. Carrieri, *Manuale di Analisi Quantitativa dei Medicinali*, (2019) Edises, Napoli.

## Modalità d'esame

### Prova scritta.

La prova scritta è superata se lo studente ottiene almeno 18/30. La prova scritta superata ha validità un anno.