UNIVERSITÀ DI PISA

ANALISI QUANTITATIVA DEI MEDICINALI

FRANCESCA SIMORINI

Anno accademico	2020/21
CdS	FARMACIA
Codice	345CC
CFU	6

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
ANALISI QUANTITATIVA DEI MEDICINALI	CHIM/08	LEZIONI	68	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 di interesse farmaceutico, secondo quanto stabilito dalla Farmacopea Italiana o da altri protocolli analitici internazionali.

Modalità di verifica delle conoscenze
Prova scritta consistente in esercizi con calcoli seguita da esame orale sulle basi teoriche dei metodi di analisi.

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 individuali in laboratorio con verifica del risultato.
Viene richiesta una breve relazione sulla metodica adottata con indicazione del calcolo eseguito.
Programma 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 di soluzioni di *Sodio Idrossido, Iodio, Nitrato d'argento, Solfocianuro di potassio, Permanganato di potassio, Ac. EtilendiamminoTetraAcetico sale disodico* necessarie all'esecuzione delle seguenti analisi:
Analisi volumetriche: Determinazione del titolo di soluzioni diluite di Acido cloridrico, Determinazione di un campione contenente *Cloruri secondo Mohr*, Determinazione di un campione contenente *Cloruri secondo Volhard*, Determinazione di un campione contenente Vitamina C, Determinazione permanganometrica di una soluzione di *Acqua ossigenata*, Determinazione della *Durezza di un'Acqua*.
Analisi strumentali: Titolazione potenziometrica di soluzioni di *Acido cloridrico*,.
Determinazione colorimetrica di un campione contenente un Sale rameico sotto forma di complesso con ammoniaca, usando come standard soluzioni a concentrazione crescente della sostanza madre *Solfato rameico pentaidrato*.
Dosaggio di un campione contenente *Papaverina* e *Lidocaina* per cromatografia su strato sottile (silice) con visualizzazione mediante lampada UV a 254 nm.

Comportamenti
Sono richiesti impegno, corretta applicazione dei metodi di analisi, capacità di organizzazione, rispetto delle attrezzature e delle norme di sicurezza nello svolgimento delle esercitazioni pratiche, individuali o di gruppo.

Modalità di verifica dei comportamenti
I comportamenti saranno valutati durante lo svolgimento delle esercitazioni pratiche.

Prerequisiti (conoscenze iniziali)
Propedeuticità: Chimica generale
Per motivi di sicurezza la frequenza delle esercitazioni pratiche di laboratorio è subordinata al superamento dell'esame di Chimica Generale.

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

Indicazioni metodologiche

Il corso, nel rispetto del protocollo di contenimento della diffusione di COVID-19, si svolgerà mediante lezioni a distanza ed attività pratiche di laboratorio in presenza che consisteranno in analisi individuali di campioni incogniti (I metodi principali saranno mostrati a distanza prima delle prove in presenza).

Programma (contenuti dell'insegnamento)

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*, *ioni Solfato*.
Analisi volumetrica: teoria, classificazione dei metodi, pesi equivalenti, sostanze madri, tecniche ed apparecchiature.
Titolazioni di Neutralizzazione in ambiente acquoso: curve di neutralizzazione e criteri di scelta degli indicatori, funzionamento e uso. Titolazione di acidi forti, basi forti. Curva di titolazione di *Ac. Cloridrico.* Titolazione di acidi deboli e basi deboli: limitazioni, scelta dell'indicatore. Curve di titolazione teorica di *Ac. Acetico*, *Ammoniaca*. Titolazioni di acidi deboli poliprotici: casi generali; esempi: *Ac. carbonico, Ac. fosforico, Ac. ossalico*. Preparazione e standardizzazione con sostanze madri delle seguenti soluzioni: *Ac. Cloridrico* (sostanze madri: *Sodio carbonato, Sodio ossalato, Ossido mercurico*; *Sodio idrossido* (sost. madri: *Potassio iodato acido*, *Acido ossalico diidrato*). Acidimetria e alcalimetria. Sostanze della FUI: *Acido citrico*, *Acido acetilsalicilico*. Titolazione di sali di tipo AM (es.: *Sodio cianuro, Sodio carbonato*), determinazione di *miscele alcaline compatibili: Carbonati e bicarbonati, Idrossidi e Carbonati*: metodi applicativi e calcoli.
Acidimetria ed alcalimetria in ambiente non acquoso: teoria, classificazione dei solventi, costante di autoprotolisi, titolanti, applicazioni. Titolazione di un acido debole (*Ac. Benzoico*) e di una base debole (*Anilina*): solventi, titolanti, indicatori.
Titolazioni Argentimetriche: teoria, precipitazione, curve di titolazione, determinazione del punto finale. Standardizzazione di una soluzione di *Argento nitrato* (sostanza madre: *Sodio cloruro*). Preparazione di una soluzione di *Potassio solfocianuro* e sua standardizzazione con la soluzione di *Argento nitrato* . Determinazione di *ioni Alogenuro*: Metodo di Mohr, applicabilità e limitazioni. Metodo di Volhard (retro-titolazione): applicabilità e limitazioni. Determinazione di *ioni Cianuro* con i metodi di Liebig e di Deniges. Analisi di miscele di alogenuri; analisi indiretta: applicazioni e calcoli.
Titolazioni complessometriche: teoria, agenti chelanti, *Acido Etilen Diammino Tetra Acetico* (EDTA), costante di stabilità e costante di effettiva stabilità, fattori che influenzano le costanti (pH e altre specie complessanti). Curve di titolazione, punto finale, indicatori cromatici (*Nero Eriocromo-T*, *Ac. CalconCarbonico, Muresside*). Titolazioni complessometriche: dirette, indirette, di ritorno, simultanee, di spostamento; fenomeno del mascheramento. *Durezza di un'acqua*: durezza totale, temporanea, permanente; metodo di determinazione; unità di misura (Gradi francesi e Gradi tedeschi). Metodi applicativi e calcoli.
Titolazioni con ossidoriduzione: generalità, bilanciamento delle reazioni e calcolo degli equivalenti in base al trasferimento di elettroni; equazione di Nernst. Curve di titolazione, calcolo del potenziale al punto equivalente, scelta di indicatori.
Permanganometria: preparazione e standardizzazione di soluzioni di *Permanganato di potassio* (Sostanze madri: *Anidride arseniosa, Sodio Ossalato*) calcolo del peso equivalente e della normalità. Determinazioni: *Sali ferrosi* (metodo di Zimmermann) e di *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* con soluzione a titolo noto di *Tiosolfato di sodio* o con sostanza madre (*Anidride arseniosa*). Preparazione e standardizzazione di una soluzione di *Tiosolfato di Sodio*; (sostanze madri: *Iodato di potassio, Bromato di potassio, Bicromato di potassio*). Determinazioni iodimetriche (*Vitamina C*, *Solfiti, Solfuri e Solfuri acidi*). Determinazioni iodometriche: *Composti fenolici, ammine primarie aromatiche, ipocloriti.*
Potenziometria: generalità, Elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori. Elettrodo a membrana di vetro; determinazione potenziometrica del pH, curva di titolazione e determinazione del punto finale.
Titolazioni amperometriche: Determinazione del contenuto di acqua in un campione secondo Karl-Fischer, teoria, apparecchiatura, curva di titolazione, determinazione del punto finale.
Analisi di composti organici: determinazione dell'ammoniaca e del contenuto di azoto di un composto secondo il metodo di Kjeldahl: reazioni, operazioni preliminari, apparecchiatura.
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, calcolo della pendenza. Determinazione di *Sali di rame* (Sostanza madre: *Rame solfato pentaidrato*). Analisi UV-visibile di miscele di sostanze.
Cromatografia: cenni teorici, cromatografia di adsorbimento e di ripartizione. Metodi cromatografici: cromatografia su colonna, HPLC, gas-cromatografia, cromatografia su strato sottile *(Thin Layer Chromathography, TLC)*; Determinazioni quantitative mediante TLC.

Bibliografia e materiale didattico

Testo consigliato:

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

Testi di consultazione:

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

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
Farmacopea Ufficiale della Repubblica Italiana XII Ed.