UNIVERSITÀ DI PISA

ANALISI QUANTITATIVA DEI MEDICINALI

SIMONA RAPPOSELLI

Anno accademico	2022/23
CdS	FARMACIA
Codice	345CC
CFU	6

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
ANALISI QUANTITATIVA DEI MEDICINALI	CHIM/08	LEZIONI	68	SIMONA RAPPOSELLI

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, colloquio Orale/Scritto

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.

Comportamenti

Sarà valutata la capacità di organizzazione nello svolgimento delle esercitazioni pratiche in laboratorio, individuali o di gruppo e le capacità nella elaborazione dei risultati ottenuti.

Modalità di verifica dei comportamenti

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

Prerequisiti (conoscenze iniziali)

Per poter accedere al laboratorio, è obbligatorio seguire le lezioni sulla sicurezza ed igiene in ambiente di lavoro.
Per motivi di sicurezza la frequenza delle esercitazioni pratiche di laboratorio è subordinata al superamento dell'esame di Chimica Generale.

Indicazioni metodologiche

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)

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 (H2CO3, H3PO4). 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, Na2CO3), 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 AgNO3 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 KMnO4, 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++ 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 iodimetriche (vitamina C, SO3=). Determinazioni iodometriche: 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.
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. Analisi UV-visibile di miscele di sostanze.

Esercitazioni pratiche (obbligatorie):
Norme di sicurezza in un laboratorio chimico.
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

- 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.
- Farmacopea Ufficiale della Repubblica Italiana (XII Ed.).

Modalità d'esame

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

Ultimo aggiornamento 20/02/2023 14:44