



UNIVERSITÀ DI PISA

ANALISI DEI MEDICINALI II

ANNA MARIA MARINI

Anno accademico	2017/18
CdS	FARMACIA
Codice	034CC
CFU	9

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
ANALISI DEI MEDICINALI II	CHIM/08	LEZIONI	97	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)

Introduzione: scopo dell'analisi quantitativa e sue applicazioni. Definizione di elettroliti e classificazione. Calcolo del pH. Solubilità e prodotto di solubilità.

Analisi gravimetrica: generalità, bilance analitiche ed elettroniche. Precisione ed accuratezza. Operazioni dell'analisi gravimetrica: precipitazione, digestione, filtrazione, lavaggio del precipitato, essiccamento e/o calcinazione, pesata, calcolo dei risultati, fattore gravimetrico. Determinazione di sali di Ferro, di Solfati, alcune sostanze della Farmacopea Ufficiale (es. Acetato di Piombo). Analisi indiretta.

Analisi volumetrica: generalità, classificazione dei metodi, apparecchiature. Definizione di sostanza madre. Titolazioni con reazioni di neutralizzazione, Indicatori InH e InOH, funzionamento ed uso. Curve di neutralizzazione e scelta dell'indicatore adatto ACIDIMETRIA e ALCALIMETRIA: Titolazione di acidi forti, basi forti, acidi deboli e basi deboli (curve, indicatori, limitazioni, scelta dell'indicatore). Titolazioni di



UNIVERSITÀ DI PISA

acidi deboli poliprotici, casi generali, alcuni esempi (H_2SO_3 , H_2CO_3 , H_3PO_4). Titolazione di sali di tipo AM (es.: NaCN , Na_2CO_3). Preparazione di soluzioni di NaOH e HCl e relativa standardizzazione. Sostanze madri per basi e per acidi. Determinazioni FUI: acido citrico, acido lattico, acido acetil salicilico, teofillina, propiltiouracile. Determinazione di miscele di Idrossidi e Carbonati, metodi applicativi e calcoli. Determinazione di miscele di Carbonati e Bicarbonati, metodi applicativi e calcoli. Titolazioni acido-base in ambiente non acquoso: generalità solventi, K autoprotolisi e K equilibrio. Calcolo relativo al pH e pOH. Uso e scelta degli indicatori. Titolanti utilizzati. Applicazioni a sostanze della FUI. Titolazioni con precipitazione: generalità. Argentimetria: aspetti teorici, curva di titolazione e relative osservazioni. Punto equivalente. Metodo di 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. Preparazione e standardizzazione di AgNO_3 e KSCN . Titolazione di Hg^{++} con KSCN . Determinazioni FUI (HgO). Analisi di miscele di alogenuri, applicazioni e calcoli. Titolazioni complessometriche: generalità. Agenti chelanti, EDTA. K di stabilità e K effettiva stabilità, fattori che influenzano la K: alfa (pH) e beta. Complessometria: curva di titolazione, punto finale, indicatori strumentali e cromatici, relativo funzionamento e uso. Titolazioni dirette, di ritorno, di sostituzione, indirette, simultanee, di spostamento, fenomeno del mascheramento. Metodi applicativi. Durezza di un'Acqua, metodo di determinazione, unità di misura $^\circ\text{F}$, $^\circ\text{T}$ e correlazione tra loro. Durezza totale, temporanea, permanente. Metodi applicativi e calcoli. Titolazioni con trasferimento di elettroni, generalità, equazione di Nernst. calcolo della costante di equilibrio in una reazione redox. Titolazioni redox: curve di titolazione e relative osservazioni, punto finale. Calcolo del potenziale al punto finale. Titolazioni redox: casi con KMnO_4 e $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Indicatori utilizzabili, criteri di scelta. Permanganometria: preparazione di soluzioni di KMnO_4 , calcolo del peso equivalente e della normalità, loro correzione. Standardizzazione. Determinazioni del Ferro, Ferro Zimmermann, sali di Calcio, Mn secondo Volhard. Determinazione del titolo di una soluzione di Acqua ossigenata. Iodometria e iodimetria: generalità. Preparazione e standardizzazione di una soluzione di iodio. Preparazione e standardizzazione di tiosolfato. Determinazioni iodimetriche (vitamina C, Fe^{3+} , miscele HS/S) Determinazioni iodometriche: fenoli e derivati, ipocloriti, antibiotici beta-lattamici. Determinazioni in HCl 4N (ICI).

Potenziometria: generalità. Elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori, requisiti e classificazione. Elettrodi a membrana di vetro, determinazione potenziometrica del pH. Titolazioni potenziometriche, curva di titolazione: costruzione ed uso, determinazione del punto finale. Titolazioni amperometriche: teoria, curve di titolazione, punto finale. Preparazione e standardizzazione di soluzioni di NaNO_2 . Determinazione di Ammine I aromatiche (FUI: sulfamidici). Determinazione dell'acqua secondo Karl Fischer.

Analisi organica funzionale: Analisi elementare di C, H, N. Determinazione di N (metodo Kjeldahl). Determinazione quantitativa di alcuni gruppi funzionali organici: alcheni, alchini, fenoli, carbonili, ammidi, acidi, amminoacidi, ammine.

Spettrofotometria: generalità. UV, spettri di assorbimento, I_{max} , legge di Lambert-Beer. UV: Trasmittanza, Opacità, Assorbanza. Modi di esprimere le costanti e loro correlazione. Spettrofotometro (schema dello strumento). Analisi UV-visibile di sostanze pure e di miscele. Retta di taratura, calcolo della pendenza. Determinazione quantitativa di sali di rame.

Cromatografia: generalità e classificazione, cenni. Cromatografia su colonna, cromatografia flash, cromatografia su strato sottile (TLC). Determinazioni qualitative e quantitative. Dosaggio densitometrico. Gas cromatografia: aspetti generali e applicazioni nell'analisi quantitativa. HPLC.

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

Salerno, *Esercizi risolti di Analisi dei medicinali II*, Ed. Servizio Editoriale Universitario di Pisa, 2008.

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 06/07/2017 16:22