



## UNIVERSITÀ DI PISA

### ANALISI DEI MEDICINALI II

---

**ANNA MARIA MARINI**

Anno accademico 2018/19  
CdS FARMACIA  
Codice 034CC  
CFU 9

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

###### **Programma:**

**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), tecniche, apparecchiature; precipitazione, forma e digestione dei precipitati, coprecipitazione, filtrazione, lavaggio, essiccamento e calcinazione. Calcolo del risultato, fattore gravimetrico. Determinazioni: sali di ferro, solfati, alcune sostanze della FUI X (Piombo Acetato).

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



## UNIVERSITÀ DI PISA

**Acidimetria ed alcalimetria in ambiente acquoso:** teoria degli indicatori, curve di neutralizzazione e criteri di scelta degli indicatori. 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 ( $H_2SO_3$ ,  $H_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ). Preparazione di soluzioni di NaOH e HCl e relativa standardizzazione (sostanze madri).

Sostanze della FUI: acido citrico, acido lattico, acido acetilsalicilico, teofillina, propiltiouracile. 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, calcolo della concentrazione idrogenionica, applicazioni.

**Titolazioni per precipitazione:**

**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. Indicatori di adsorbimento (Fluoresceina ed Eosina), proprietà ed usi. Determinazione del Cianuro, metodi di Liebig e Deniges. Titolazione di  $Hg^{++}$  con KSCN. 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, °T e correlazione tra loro. 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:** teoria, preparazione e standardizzazione di soluzioni di  $KMnO_4$ , calcolo del peso equivalente e della normalità, loro correzione. 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 iodometriche (vitamina C, miscela HS/S). Determinazioni iodometriche: fenoli e derivati, ipocloriti, antibiotici beta-lattamici. Determinazioni in HCl 4N (ICl).

**Potenziometria:** generalità, Elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori, requisiti e classificazione. Elettrodo a membrana di vetro, determinazione potenziometrica del pH, titolazioni acido-base, curva di titolazione: costruzione ed uso, determinazione del punto finale.

**Titolazioni amperometriche:** Determinazione dell'acqua secondo Karl-Fischer, teoria, curva di titolazione, determinazione del punto finale. Determinazione di ammine primarie aromatiche, preparazione e standardizzazione di soluzioni di nitrito di sodio, determinazione del punto finale. Alcune sostanze della FUI, Sulfamidici.

**Analisi di composti organici:** determinazione dell'ammoniaca o dell'N secondo Kjeldahl. Analisi della % di C, H, N. Analisi di alcuni gruppi funzionali di composti organici: acidi, ammine, fenoli, derivati carbonilici, esteri, alcoli, glicoli, alcheni, alchini.

**Spettrofotometria:** generalità, spettri di assorbimento,  $\lambda_{max}$ , legge di Lambert-Beer. Spettrofotometro (schema dello strumento). Analisi UV/Visibile: Trasmissione, Opacità, Assorbimento. 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 e densitometria.

### 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 (HCl, NaOH, I<sub>2</sub>,  $AgNO_3$ , KCNS,  $KMnO_4$ , EDTA) necessarie all'esecuzione delle analisi:

#### 1. 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 di un campione contenente Acido Acetilsalicilico  
Determinazione permanganometrica di un campione contenente sali di Calcio  
Determinazione della Durezza di un'Acqua

#### 1. 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 densitometrica (UV).

### 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*, Loughia, 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  
Farmacopea Ufficiale X ed XI Ed.



## UNIVERSITÀ DI PISA

---

### Modalità d'esame

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

*Ultimo aggiornamento 25/09/2018 10:18*