



## UNIVERSITÀ DI PISA

---

### ANALISI QUANTITATIVA DEI FARMACI

#### CLEMENTINA MANERA

Anno accademico	2019/20
CdS	CHIMICA E TECNOLOGIA FARMACEUTICHE
Codice	026CC
CFU	12

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
ANALISI QUANTITATIVA DEI FARMACI	CHIM/08	LEZIONI	126	CLEMENTINA MANERA TIZIANO TUCCINARDI

#### Obiettivi di apprendimento

##### Conoscenze

Lo studente potrà acquisire le conoscenze teoriche e applicative delle principali metodologie analitiche utilizzate nella determinazione quantitativa di composti inorganici ed organici. A tal fine vengono sviluppati sia i metodi classici di analisi volumetrica che i moderni metodi strumentali di tipo elettrochimico, spettroscopico e cromatografico

##### Modalità di verifica delle conoscenze

La verifica dell'acquisizione delle conoscenze avverrà tramite la valutazione delle attività di laboratorio e di una prova scritta propedeutica alla prova orale.

##### Capacità

Le conoscenze acquisite permetteranno allo studente di affrontare ed eseguire la determinazione quantitativa di sostanze aventi attività biologica, in particolare farmaci e loro metaboliti

#### Programma (contenuti dell'insegnamento)

- Analisi volumetrica: teoria, sostanze madri, tecniche ed apparecchiature.
- Acidimetria ed alcalimetria in ambiente acquoso: teoria degli indicatori, indicatori InH e InOH, funzionamento ed uso, curve di neutralizzazione e criteri di scelta degli indicatori. Titolazione di acidi forti, basi forti, acidi deboli e basi deboli (curve di titolazioni, limitazioni, scelta dell'indicatore). Titolazioni di acidi deboli poliprotici, casi generali, alcuni esempi (H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Titolazione di sali (es.: NaCN, Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Preparazione di soluzioni di NaOH e HCl e relativa standardizzazione. Sostanze madri per basi e per acidi. Preparazione di soluzioni a titolo noto e relativa standardizzazione, titolazioni di miscele. Determinazione dell'azoto secondo Kjeldahl. Determinazione di alcune sostanze della FUI.
- Errori teorici di titolazione.
- Acidimetria ed alcalimetria in ambiente non acquoso: teoria, tipi e classificazione dei solventi; determinazione di alcune sostanze della FUI.
- Argentometria: teoria, curve di titolazione ed applicazioni. Metodo di Mohr. Metodo di Volhard. Metodo di Fajans. Determinazione del Cianuro, metodi di Liebig e Deniges. Determinazione di alcune sostanze della FUI.
- Titolazioni complessometriche: teoria, curve di titolazione. Costante di stabilità e costante effettiva di stabilità. Tipi di titolazioni complessometriche: titolazioni dirette, di ritorno, di sostituzione, indirette, simultanee, di spostamento, fenomeno del mascheramento. Indicatori metallo-cromici. Definizione di durezza di un'acqua, sua determinazione con EDTA e unità di misura °F, °T. Durezza totale, temporanea, permanente. Determinazione di alcune sostanze della FUI.
- Titolazioni con trasferimento di elettroni: curve di titolazione, potenziale al punto equivalente, indicatori di ossido-riduzione.
- Permanganometria: teoria, preparazione e standardizzazione di una soluzione di permanganato di potassio. Applicazioni: determinazioni del Ferro, Ferro Zimmermann, sali di Calcio, Mn secondo Volhard, determinazione del titolo di una soluzione di acqua ossigenata. Determinazione di alcune sostanze della FUI.
- Iodometria e iodimetria: teoria, preparazione e standardizzazione di soluzioni; Preparazione e standardizzazione di tiosolfato. Determinazioni iodometriche (vitamina C, Fe<sup>3+</sup>, miscele HS<sup>-</sup>/S) Determinazioni iodometriche: fenoli e derivati, ipocloriti, Determinazione di alcune sostanze della FUI. Determinazione dell'acqua secondo Karl-Fischer.
- Iodatometria e Bromometria teoria, preparazione e standardizzazione di soluzioni; determinazione di alcune sostanze della FUI.
- Determinazioni di miscele: analisi indiretta.
- Potenziometria: generalità. Elettrodi di riferimento ed elettrodi indicatori, requisiti e classificazione. --Elettrodi a membrana di vetro, determinazione potenziometrica del pH.



## UNIVERSITÀ DI PISA

-Titolazioni amperometriche: teoria, curve di titolazione, punto finale. Preparazione e standardizzazione di soluzioni di  $\text{NaNO}_2$ . Determinazione di alcune sostanze della FUI. Determinazione dell'acqua secondo Karl Fischer.

-Analisi di composti organici: Analisi quantitativa per alcuni gruppi funzionali di composti organici.

-Spettrofotometria: leggi di Lambert, Beer, trasmittanza, assorbanza, curve di taratura, applicazioni; determinazione di alcune sostanze della FUI.

-Cromatografia: generalità e classificazione. Determinazioni quantitative. Dosaggio densitometrico.

-Gas cromatografia: teoria. Apparecchiatura: gas, iniettori, colonne, rivelatori. Fase fissa e fase mobile.. Cromatogramma. Analisi quantitativa: taratura diretta, normalizzazione interna, fattore di correzione, standardizzazione esterna, standardizzazione interna, metodo dell'aggiunta.

- HPLC: teoria. Apparecchiatura: pompe, iniettori, colonne, rivelatori. Tipi di fasi stazionarie: silice (fase diretta), silice derivatizzata (fase inversa). Fasi mobili. Analisi quantitativa

Esercitazioni pratiche :

Conoscenza ed uso delle apparecchiature ed attrezzature di laboratorio, operazioni ricorrenti. Uso della bilancia analitica, 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 (HCl, NaOH,  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{KCNS}$ ,  $\text{KMnO}_4$ , I<sub>2</sub>, EDTA).

a) Analisi volumetriche:

determinazione del titolo di soluzioni diluite di HCl

determinazione di un campione di  $\text{Cl}^-$  secondo Mohr

determinazione di un campione di  $\text{Cl}^-$  secondo Volhard

determinazione di un campione di Vitamina C

determinazione permanganometrica di sali di Calcio

determinazione acido acetilsalicilico

durezza di un' acqua

determinazione di un campione di acido citrico

determinazione di un campione di acqua ossigenata

b) Analisi strumentali:

titolazione potenziometrica di soluzioni di HCl

determinazione spettrofotometrica di sali di  $\text{Cu}^{++}$

determinazione di un campione di HCl mediante metodo conduttimetrico

determinazione di un campione di NaCl mediante la tecnica di cromatografia ionica

Determinazione in gascromatografia di un campione di nimesulide (determinazione fattore di correzione, curva di taratura)

### Bibliografia e materiale didattico

A. Carrieri Manuale di Analisi quantitativa dei medicinali ed Edises

D.S. Hage, J.D. Carr. Chimica Analitica e Analisi Quantitativa Ed Piccin

D. C Harris Fondamenti di chimica analitica quantitativa ed Zanichelli

### Modalità d'esame

Prova scritta propedeutica alla prova orale.

Ultimo aggiornamento 04/10/2019 14:54