



# UNIVERSITÀ DI PISA

---

## ANALISI QUANTITATIVA DEI MEDICINALI

FRANCESCA SIMORINI

Anno accademico 2023/24  
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. Etilendiammino TetraAcetico 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 Acido ascorbico, 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.



## UNIVERSITÀ DI PISA

### 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 si svolgerà mediante lezioni frontali in presenza ed attività pratiche di laboratorio che consisteranno in analisi individuali di campioni con concentrazione incognita.

#### 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:** Principi, precipitazione, forma e digestione dei precipitati, filtrazione, lavaggio, essiccamento e/o calcinazione, pesata, calcolo del risultato, fattore gravimetrico. Determinazioni: *Sali di ferro e di piombo, ioni Solfato*.

**Analisi volumetrica:** Principi, 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 e di basi forti. Curva di titolazione di *Ac. Cloridrico*. Titolazione di acidi deboli e basi deboli: limitazioni, scelta dell'indicatore. Curve di titolazione di *Ac. Acetico, Ammoniacca*. 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*), determinazioni di *miscele alcaline compatibili: Carbonati e bicarbonati, Idrossidi e Carbonati*: metodi applicativi e calcoli.

**Titolazioni Argentimetriche:** Principi, 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 tiocianato* 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:** Principi, agenti chelanti, *Acido EtilenDiamminoTetraAcetico* (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, 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 iodometriche (*Vitamina C, Solfiti, Solfuri e Solfuri acidi*). Determinazioni iodometriche: *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.

**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 Chromatography, TLC*); Determinazioni quantitative mediante TLC.

#### Bibliografia e materiale didattico

##### Testo consigliato:

Abignente, D. Melisi, M.G. Rimoli, Principi di Analisi Quantitativa dei Medicinali, Loghia, Napoli.

##### Testi di consultazione:

Porretta, *Analisi quantitativa di composti farmaceutici*, CISU, Roma

D.A. Skoog, D.H. West, *Fundamentals of analytical chemistry*, Saunders College Publishing, VI Ed. 1992

Farmacopea Ufficiale della Repubblica Italiana XII Ed.

European pharmacopoeia 11th Edition