

- **Informazioni Corso**  
Scuola di Farmacia e Nutraceutica  
Corso di Laurea Magistrale in Farmacia  
**Analisi dei Medicinali I**  
SSD: CHIM/08  
CFU 9  
Il anno, II semestre  
A.A. 2019/20
- **Informazioni Docente**  
**Roberta Rocca**, Docente a contratto  
presso il Dipartimento di Scienze della Salute,  
Università degli Studi "Magna Græcia" di Catanzaro.  
e-mail: [rocca@unicz.it](mailto:rocca@unicz.it), Tel. 0961.3694198  
Orario di ricevimento: Giovedì e Venerdì dalle 11:00 - 13:00 previo appuntamento via e-mail
- **Descrizione del Corso**  
Il corso è articolato in lezioni teoriche ed esercitazioni sperimentali.

#### **Obiettivi del Corso e Risultati di apprendimento attesi**

Fornire le conoscenze teoriche e le competenze pratiche per l'identificazione e la determinazione quantitativa di sostanze inorganiche di interesse farmaceutico, mediante reazioni chimiche e titolazioni volumetriche. Il corso fornisce le nozioni fondamentali utili all'espletamento ed alla valutazione dei controlli dei medicinali ed alla comprensione degli studi di validazione dei farmaci.

#### **Programma**

##### **L'ANALISI CHIMICA**

Ruolo dell'analisi chimica. Classificazione dei metodi quantitativi. Fasi di una tipica analisi quantitativa. La Farmacopea Ufficiale XII edizione (F.U. XII) e riferimenti alla sua strutturazione. Analisi di composti di interesse farmaceutico. Applicabilità di una reazione come processo quantitativo.

##### **ATTREZZATURA DI LABORATORIO**

Misura della massa: la bilancia. Costituzione e caratteristiche. Descrizione dei vari tipi di bilance. Norme per l'uso della bilancia analitica. Operazioni relative alla pesata. Cause di errore nella pesata. Materiali ed attrezzature di laboratorio. Manipolazione di reagenti e prodotti chimici. Taccuino di laboratorio. Introduzione alle operazioni unitarie. Vetreria graduata. Misura del volume. Taratura della vetreria.



## SICUREZZA IN LABORATORIO

### ERRORI NELLE DETERMINAZIONI ANALITICHE

Precisione ed accuratezza. Errore assoluto ed errore relativo. Errori grossolani, sistematici e casuali. Deviazione standard. Deviazione media. Dispersione.

### APPLICAZIONE DELLA STATISTICA AL TRATTAMENTO ED ALLA VALUTAZIONE DEI DATI.

Livello di fiducia. Stima dei limiti di rilevabilità. Metodo dei minimi quadrati per la realizzazione di curve di calibrazione.

### ANALISI GRAVIMETRICA

Generalità. Aspetti teorici della precipitazione: solubilità e prodotto di solubilità. Fattori che influenzano la solubilità. Caratteristiche fisiche dei precipitati. Operazioni dell'analisi gravimetrica. Calcoli dell'analisi gravimetrica. Il fattore gravimetrico. Coprecipitazione. Precipitazione in fase omogenea. Metodi di volatilizzazione.

Applicazioni: determinazione dell'alluminio, determinazione del ferro e determinazione dei solfati.

### ANALISI VOLUMETRICA

Metodi di analisi basati sulla titolazione. Aspetti generali delle titolazioni volumetriche. Soluzioni standard. Punto di equivalenza e punto finale.

Equivalenti. Titolo di una soluzione. Titolanti. Titolazioni. Curve di titolazione. Sostanze madri.

Selezione dei metodi di analisi: neutralizzazione, precipitazione, formazione di complessi, trasferimento di elettroni.

### TITOLAZIONI DI NEUTRALIZZAZIONE

Equilibrio chimico. Coefficiente di attività. Forza ionica. Soluzioni ed indicatori per titolazioni acido/base. Criteri di titolabilità di un acido. Calcolo del pH: soluzioni di acidi forti e basi forti, soluzioni di acidi e basi deboli, soluzioni di acidi e basi polifunzionali, soluzioni tampone, soluzioni saline (idrolisi). Curve di titolazione di acidi e basi forti. Curve di titolazione per acidi e basi deboli. Curve di titolazione di acidi e basi polifunzionali.

Applicazioni delle titolazioni acidimetriche: preparazione e standardizzazione di una soluzione di HCl 0.1N.

Determinazione di miscele alcaline. Metodo di Winkler e metodo di Warder.

Determinazione dell'azoto ammoniacale.

Applicazioni delle titolazioni alcalimetriche: preparazione e standardizzazione di una soluzione di NaOH 0.1N.

Determinazione dell'acido acetilsalicilico. Determinazione dell'acido borico.

Determinazione dell'acido citrico.

### TITOLAZIONI IN SOLVENTI NON-ACQUOSI



Generalità e teoria. Acidità e basicità intrinseca. Classificazione dei solventi. Equilibri di dissociazione. Effetto differenziante ed effetto livellante. Costante di autoprotolisi e costante dielettrica. Determinazione del punto finale. Commento di monografie di sostanze di interesse farmaceutico riportate in F.U. XII.

#### TITOLAZIONI DI PRECIPITAZIONE

Generalità. Titolazioni precipitometriche. Argentometria. Curva di titolazione. Punti finali per le titolazioni argentometriche. Metodo di Mohr. Metodo di Volhard. Metodo di Fajans.

Preparazione e standardizzazione di una soluzione di  $\text{AgNO}_3$  0.1N.

Determinazione di NaCl.

Applicazioni dei metodi precipitometrici: ciclofosfamide e clorbutanolo.

#### TITOLAZIONI CON FORMAZIONE DI COMPLESSI

Generalità sui complessi: chimica e nomenclatura. Metodo di Liebig. Reazioni di formazione di complessi. Agenti complessanti inorganici. Chelometria.

L'EDTA. Titolazioni EDTA-metallo. Determinazione del punto finale in chelometria. Indicatori metallo-cromici. Titolazioni chelometriche.

Mascheramento.

Preparazione e standardizzazione di EDTA 0.1M.

Determinazioni complessometriche: alluminio e calcio.

Determinazione della durezza dell'acqua.

#### TITOLAZIONI CON TRASFERIMENTO DI ELETTRONI

Reazioni redox. Celle elettrochimiche. Potenziale elettrodico. Equazione di Nernst. Potenziale formale. Costanti di equilibrio. Curva di titolazione.

Potenziale al punto equivalente. Calcolo del potenziale al punto equivalente.

Curve di titolazione. Indicatori di ossido-riduzione.

Cerimetria. Determinazione del paracetamolo.

Permanganometria. Preparazione e standardizzazione di una soluzione 0.1N di  $\text{KMnO}_4$ . Determinazione del calcio. Determinazione del ferro. Determinazione dell'idrogeno perossido al 3%.

Iodimetria e iodometria. Preparazione e standardizzazione di una soluzione 0.1N di iodio. Determinazione dell'antimonio e potassio tartrato.

Determinazione dell'acqua con il metodo di Karl Fischer.

Preparazione e standardizzazione di una soluzione di tiosolfato sodico 0.1N.

Determinazione dello iodio. Determinazione dell'idrogeno perossido al 3%.

#### POTENZIOMETRIA

Generalità. Celle elettrochimiche. Principi generali di funzionamento del potenziometro. Elettrodi di riferimento. Elettrodi indicatori. Misure potenziometriche dirette. Determinazione delle costanti di equilibrio.



Determinazione del punto finale. Metodo grafico dei prolungamenti. Metodo matematico della derivata prima.

#### SPETTROSCOPIA OTTICA

Generalità. Interazione tra molecole ed energia radiante. Legge di Lambert-Beer. Spettri di assorbimento.

Spettrofotometria nel visibile e nell'ultravioletto. Aspetti teorici dell'assorbimento nel visibile e UV. Gruppi cromofori ed auxocromi. Sorgenti di energia. Monocromatori. Celle di assorbimento. Strumenti. Ricerca del cromoforo. Aspetti applicativi in UV.

Spettroscopia infrarossa. Spettri IR. Vibrazioni molecolari. Moto armonico e regole di selezione. Fattori che influenzano la frequenza di assorbimento. Regioni dello spettro IR ed esempi applicativi.

#### METODI CROMATOGRAFICI

Generalità. Classificazione dei metodi cromatografici. Tecniche cromatografiche. Colonne cromatografiche. Fase mobile e fase stazionaria. Il processo separativo. Principi teorici della cromatografia. Efficienza ed equazione di van Deemter. Cromatografia su colonna. Cromatografia a scambio ionico. Cromatografia di esclusione molecolare. Cromatografia per affinità. Gas cromatografia. Cromatografia su strato sottile. Cromatografia liquida ad alta prestazione.

**Stima dell'impegno orario richiesto per lo studio individuale del programma**  
153 ore

#### **Metodi Insegnamento utilizzati**

Lezioni frontali, Laboratori didattici: 72 ore

#### **Risorse per l'apprendimento**

##### Libri di testo:

PORRETTA G.C., Analisi quantitativa dei composti farmaceutici, CISU, Roma, Ultima edizione.

SKOOG D., WEST D., Chimica analitica quantitativa, EdISES, Napoli, Ultima edizione.

HARRIS D.C., Chimica analitica quantitativa, Zanichelli, Bologna, Ultima edizione.

##### Altro materiale didattico

Diapositive scaricabili dal sito

#### **Attività di supporto**

Seminari, attività tutoriale, esercitazioni



### Modalità di frequenza

Le modalità sono indicate dall'art.8 del Regolamento didattico d'Ateneo. La frequenza del corso è obbligatoria.

### Modalità di accertamento

Le modalità generali sono indicate nel regolamento didattico di Ateneo all'art.22 consultabile al link

[http://www.unicz.it/pdf/regolamento didattico ateneo dr681.pdf](http://www.unicz.it/pdf/regolamento%20didattico%20ateneo%20dr681.pdf)

Monitoraggio costante del profitto dello studente mediante prove pratiche in itinere. Valutazione finale: prova scritta seguita da prova orale.

La prova scritta, che consiste di tre esercizi, ognuno dei quali vale 10 punti, sarà superata con un punteggio minimo pari a 15.

I criteri sulla base dei quali sarà giudicato lo studente sono:

	<b>Conoscenza e comprensione argomento</b>	<b>Capacità di analisi e sintesi</b>	<b>Utilizzo di referenze</b>
Non idoneo	Importanti carenze. Significative inaccurately	Irrilevanti. Frequenti generalizzazioni. Incapacità di sintesi	Completamente inappropriato
18-20	A livello soglia. Imperfezioni evidenti	Capacità appena sufficienti	Appena appropriato
21-23	Conoscenza routinaria	E' in grado di analisi e sintesi corrette. Argomenta in modo logico e coerente	Utilizza le referenze standard
24-26	Conoscenza buona	Ha capacità di analisi e sintesi buone. Gli argomenti sono espressi coerentemente	Utilizza le referenze standard
27-29	Conoscenza più che buona	Ha notevoli capacità di analisi e sintesi	Ha approfondito gli argomenti
30-30L	Conoscenza ottima	Ha notevoli capacità di analisi e sintesi	Importanti approfondimenti

*Roberto Rocca*

