

ANNO ACCADEMICO 2013/2014

Programma dell'insegnamento: ANALISI DEI FARMACI I

Docente Titolare del corso: MANFRA MICHELE

Corso di Laurea : FARMACIA

Obiettivi formativi generali (risultati di apprendimento previsti e competenze da acquisire):

L'obiettivo del corso :

- 1) Fornire allo studente principi teorici e pratici della chimica analitica quantitativa
- 2) Acquisizione di tecniche di analisi applicata ai farmaci, con particolare riferimento alle tecniche descritte dalla Farmacopea Ufficiale (F.U. I.)
- 3) Capacità della scelta metodica ottimale ed elaborazione dei dati sperimentali

Programma del Corso:

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

Cenni analisi degli errori: media, mediana, accuratezza. Tipi di errori. Curva Gaussiana, deviazione standard, scarto anomalo dei dati. Errore assoluto e relativo. Cifre significative.

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 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. Limiti di titolabilità. Retrotitolazioni. **Determinazioni FUI: acido citrico, acido lattico, acido acetilsalicilico, acido borico, acidotartarico, Efedrina, Amfetamina, cloropropamide, meticillina sodica, et al.** Determinazione di miscele di Idrossidi e Carbonati, metodi applicativi e calcoli. Determinazione di miscele di Carbonati e Bicarbonati, metodi applicativi e calcoli. Determinazione grado di purezza.

TITOLAZIONI ACIDO-BASE IN AMBIENTE NON ACQUOSO: generalità solventi, K autoprotolisi e K equilibrio. Proprietà chimico-fisiche. Calcolo relativo al pH e pOH. Uso e scelta degli indicatori. Titolanti utilizzati. **Applicazioni a sostanze della FU. I.: Lidocaina, Diazepam, Caffeina. Dosaggi barbiturici. Dosaggi di Sali aloidrati**

TITOLAZIONI CON PRECIPITAZIONE: generalità. ARGENTOMETRIA: aspetti teorici, curva di titolazione e relative osservazioni. Punto equivalente. Metodo di Mohr: applicabilità e limitazioni. Metodo di Volhard: applicabilità e limitazioni. Metodo di Fajans: 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. Numero di coordinazione, nomenclatura e proprietà chimico-fisiche dei complessi. 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. Esempi di strutture di complessi di natura biologica. Metodi

applicativi. Durezza di un'Acqua, metodo di determinazione, unità di misura °F, °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**.

CERIMETRIA applicabilità e differenze. **Dosaggi F:U. paracetamolo, nifedipina, menadione.**

IODOMETRIA E IODIMETRIA: generalità, importanza del pH. Preparazione e standardizzazione di una soluzione di iodio. Preparazione e standardizzazione di tiosolfato. **Determinazioni iodimetriche (vitamina C, Fe^{3+} miscela HS/S)** Determinazioni iodometriche: fenoli e derivati, ipocloriti, **antibiotici betalattamici**. Titolazioni **BROMOMETRICHE** dosaggi **F.U. Fenilefrina, Esilresorcina, Sodiosalicilato, Mefenesina, Isoniazide.**

ESERCITAZIONI IN LABORATORIO: Applicazione pratica delle metodiche illustrate nel programma, *analisi quantitativa di sostanze di interesse farmaceutico*

Testi di riferimento:

- 1) J) E. Abignente, D. Melisi, M.G. Rimoli, Principi di Analisi Quantitativa dei Medicinali, Loghìa, Napoli.
- 2) D. A. Skoog, D. H. West, Fundamentals of analytical chemistry, Saunders College Publishing, VI Ed., 1992.
- 3) G. C. Porretta, Analisi quantitativa di composti farmaceutici, CISU, Roma.
- 4) J. M. Kolthoff, E. B. Sandekll, Analisi chimica quantitativa, Piccin, Padova, 1974.
- 5) S. Salerno, Esercizi risolti di Analisi dei medicinali II, Ed. Servizio Editoriale Universitario di Pisa, 2008.
- 6) Farmacopea Ufficiale X ed XI Ed.

Propedeuticità consigliate:

CHIMICA GENERALE