

**Sapienza Università di Roma
Facoltà di Farmacia e Medicina
Anno Accademico 2015/2016**

**Corso di Laurea in Chimica e Tecnologie Farmaceutiche
Corso di Analisi Chimico Farmaceutica e Tossicologica I (M-Z)**

Dott. Giuseppe La Regina

Programma d'esame

PARTE PRIMA – SICUREZZA IN LABORATORIO

1. Aspetti normativi

- 1.1 Italia
- 1.2 Norme comunitarie
- 1.3 Definizioni
- 1.4 Classificazione sostanze e preparati pericolosi

2. Pericolosità degli agenti chimici

- 2.1 Analisi e valutazione del rischio chimico

3. Regole di prevenzione

4. Classificazione, etichettatura e imballaggio

- 4.1 Regolamentazione

5. Simbologie

- 5.1 Direttive nn. 67/548 e 1999/45
- 5.2 Esplosivi e comburenti
- 5.3 Infiammabili
- 5.4 Tossici e molto tossici
- 5.5 Nocivi e corrosivi
- 5.6 Irritanti
- 5.7 Regolamento CLP
- 5.8 Pericoli fisici
- 5.9 Pericoli per la salute
- 5.10 Pericoli per l'ambiente
- 5.11 Pericoloso per lo strato di ozono

6. Scheda di dati di sicurezza

- 6.1 Caratteristiche
- 6.2 Esempio di scheda di dati di sicurezza
- 6.3 Fonti

7. Etichettatura ed imballaggio di agenti chimici

8. Valori limite di esposizione

9. Dispositivi di protezione individuale

10. Segnaletica di sicurezza

11. Misure comportamentali laboratori chimici

12. Contatto accidentale agenti chimici

- 12.1 Introduzione
- 12.2 Ingestione
- 12.3 Cute
- 12.4 Inalazione

PARTE SECONDA – PRINCIPI GENERALI

1. Introduzione all'analisi chimico-farmaceutica e tossicologica

2. Proprietà e caratteristiche dei composti inorganici

2.1 Legami chimici: legame ionico, legame covalente, energia di legame, legami dipolari, forze di Van der Waals.

2.2 Relazione tra il tipo di legame e le proprietà delle sostanze: sostanze ioniche, sostanze covalenti apolari, sostanze covalenti polari, sostanze covalenti reticolari, legame a idrogeno, legame metallico, classificazione generale delle sostanze, proprietà degli ossidi.

2.3 Colore delle sostanze: colore dei metalli, colore dei composti, colore dei composti e analisi qualitativa.

3. Analisi qualitativa

- 3.1 Generalità
- 3.2 Reazioni specifiche e i procedimenti sistematici

4. Generalità sulle operazioni di laboratorio

- 4.1 Scala di operazione
- 4.2 Apparecchiatura per l'analisi: lampada Bunsen.
- 4.3 Operazioni analitiche generali: evaporazione ed ebollizione, calcinazione, fusione.
- 4.4 Esecuzione delle reazioni di riconoscimento
- 4.5 Filtrazione e centrifugazione
- 4.6 Lavaggio dei precipitati
- 4.7 Gorgogliamento e sviluppo di gas

5. Soluzioni

- 5.1 Definizione
- 5.2 Acqua come solvente
- 5.3 Dissoluzione delle sostanze
- 5.4 Solubilità delle sostanze
- 5.5 Solubilità dei composti e dimensioni degli ioni
- 5.6 Concentrazione delle soluzioni
- 5.7 Solventi organici
- 5.8 Estrazione

6. Equilibri chimici in soluzione

- 6.1 Reazioni di equilibrio: spostamento dell'equilibrio.
- 6.2 Dissociazione elettrolitica: reazioni fra ioni.
- 6.3 Cenni di termodinamica: entalpia, entropia, energia libera.
- 6.4 Equilibri chimici e analisi qualitativa

7. Acidità e basicità

- 7.1 Acidi di interesse analitico
- 7.2 Basi di interesse analitico
- 7.3 Dissociazione degli acidi
- 7.4 Dissociazione degli acidi in funzione del pH
- 7.5 Influenza del pH sulla dissociazione del solfuro di idrogeno
- 7.6 Indicatori di pH
- 7.7 Soluzioni tampone e tamponi di interesse analitico.
- 7.8 Diagramma di Flood

7.9 Reazioni di spostamento: acidi azeotropici.

8. *Precipitazione*

- 8.1 Prodotto di solubilità
- 8.2 Effetto dello ione a comune
- 8.3 Coefficiente di attività e forza ionica
- 8.4 Influenza della forza ionica sulla solubilità
- 8.5 Formazioni dei precipitati
- 8.6 Precipitati colloidali
- 8.7 Coprecipitazione e postprecipitazione
- 8.8 Adsorbimento
- 8.9 Invecchiamento dei precipitati
- 8.10 Precipitazione frazionata
- 8.11 Separazione e lavaggio dei precipitati
- 8.12 Ridissoluzione dei precipitati
- 8.13 Precipitazioni incomplete
- 8.14 Interconversione di sostanze poco solubili
- 8.15 Sensibilità delle reazioni
- 8.16 Concentrazione dei reagenti

9. *Precipitazione e acidità*

- 9.1 Solubilità dei sali poco solubili al variare del pH
- 9.2 Solubilità dei carbonati alcalino-terrosi
- 9.3 Separazione calcio - stronzio – bario
- 9.4 Precipitazione degli elementi come solfuri o idrossidi
- 9.5 pH di precipitazione degli idrossidi
- 9.6 Anfoterismo degli idrossidi: cause ed effetti dell'anfoterismo.
- 9.7 Solubilità degli idrossidi anfoteri in funzione del pH
- 9.8 Solubilità dell'idrossido di alluminio in funzione del pH
- 9.9 Disidratazione degli idrossidi
- 9.10 Precipitazione dei solfuri: effetti sul pH, precipitazione selettiva dei solfuri di zinco, cobalto, nichel e manganese, ridissoluzione.

10. *Ossidazione e riduzione*

- 10.1 Ossidanti e riducenti
- 10.2 Serie dei potenziali normali
- 10.3 Variazione del potenziale con la concentrazione: tamponamento redox.
- 10.4 Reazioni di ossidoriduzione
- 10.5 Reazioni di miscele redox
- 10.6 Conseguenze della velocità delle reazioni redox
- 10.7 Serie elettrochimica dei metalli: attacco dei metalli, potenziale di ossidazione e potenziale di ionizzazione, elettropositività ed elettronegatività.

11. *Ossidoriduzione e acidità*

- 11.1 Influenza del pH sul potenziale di ossidoriduzione: ossidazione degli alogenuri con permanganato, ossidazione di ioduri e bromuri con acido nitrico, separazione cromo-manganese.
- 11.2 Variazioni del pH durante le reazioni di ossidoriduzione
- 11.3 Disproporzionamento e pH: alogeni, perossido di idrogeno.

12. *Ossidoriduzione e precipitazione*

- 12.1 Potenziali redox in funzione del pH
- 12.2 Proprietà ossido-riduttive e precipitazione di sali
- 12.3 Stabilizzazione mediante precipitazione
- 12.4 Disproporzionamento indotto da precipitato: mercurio, rame, stagno, altri esempi.
- 12.5 Ossidazione dell'argento mediante solfuro d'argento

13. *Composti di coordinazione*

- 13.1 Generalità: nomenclatura.
- 13.2 Stabilità dei complessi

- 13.3 Tamponamento della concentrazione degli ioni
- 13.4 Effetto della concentrazione del legante: ricerca del ferro.
- 13.5 Effetti della diluizione
- 13.6 Influenza della forza ionica
- 13.7 Effetto mascherante dei complessi: applicazioni.

14. *Complessi e acidità*

- 14.1 Stabilità dei complessi in funzione del pH
- 14.2 Influenza della formazione di un complesso sul pH
- 14.3 Complessi con gli ioni dell'acqua
- 14.4 Velocità di reazione dei complessi

15. *Complessi e precipitazione*

- 15.1 Precipitazione di un composto insolubile
- 15.2 Reazioni dei tiocomposti
- 15.3 Dissoluzione di un precipitato e formazione di complessi: applicazioni (solfuro di mercurio, separazione del rame dal cadmio).
- 15.4 Reazioni del mercurio (I) e (II) con l'ammoniaca
- 15.5 Complessi poco solubili

16. *Complessi e ossidoriduzione*

- 16.1 Variazione proprietà ossidoriduttive
- 16.2 Influenza della costante di instabilità sul potenziale
- 16.3 Stabilizzazione di uno stato di ossidazione
- 16.4 Applicazioni: attacco di metalli nobili con acqua regia, attacco del mercurio con acido iodidrico, attacco di metalli con cianuri, attacco di metalli con acido fluoridrico, riconoscimento dei fosfati.

17. *Cenni di analisi spettroscopica e cromatografica*

- 17.1 Spettri di emissione: metodi di eccitazione, esame degli spettri.
- 17.2 Spettri di assorbimento
- 17.3 Cromatografia su carta: coefficiente R_f, attrezzatura e procedimento, applicazioni (separazione cloruri-bromuri-ioduri).

PARTE TERZA – ANALISI QUALITATIVA INORGANICA

1. *Premessa all'analisi*

- 1.1 Schema generale dell'analisi
- 1.2 Esame del campione
- 1.3 Saggi preliminari: saggio alla fiamma, saggio alla perla, saggio al tubicino (esame del comportamento della sostanza al calor rosso, saggio con acido solforico concentrato, saggio con acidi solforico e nitrico concentrati, saggio con tiosolfato sodico), saggi speciali (saggio del mantello blu per la ricerca dello stagno, saggio per la ricerca dell'acido borico, saggio dell'acido carbonico, saggio dell'acido acetico, saggio per la ricerca dello ione ammonio).

2. *Introduzione all'analisi sistematica dei cationi*

- 2.1 Notizie introduttive
- 2.2 Dissoluzione del campione
- 2.3 Eliminazione dello ione cromato
- 2.4 Preparazione della soluzione cloridrica

3. *Primo gruppo analitico e residuo insolubile*

- 3.1 Separazione e ricerca dell'argento: saggio con acido nitrico, saggio con ioduro potassico, saggio con cloruro stannoso.
- 3.2 Separazione e ricerca del piombo: saggio con cromato potassico, saggio con acido solforico.
- 3.3 Separazione e ricerca del mercurio
- 3.4 Ricerca del bario e dello stronzio
- 3.5 Ricerca degli ossidi di cromo e ferro

3.6 Ricerca del biossido di stagno

4. Secondo gruppo analitico

4.1 Precipitazione dei solfuri e separazione dei sottogruppi A e B

4.2 Ricerca dell'antimonio: annerimento del granulo di stagno, saggio con tioacetammide.

4.3 Ricerca dello stagno: saggio del mantello blu.

4.4 Ricerca dell'arsenico: saggio con molibdato ammonico, saggio con miscela magnesiacca.

4.5 Ricerca del rame: saggio con tetratiocianatomercurato di zinco.

4.6 Ricerca del mercurio: saggio con lamina di rame, saggio con cloruro stannoso e ammoniacca, saggi fuori sistematica.

4.7 Ricerca del bismuto: saggio con stannito alcalino, saggio con ioduro potassico e cinconina.

4.8 Ricerca del cadmio: saggio con tioacetammide.

5. Terzo gruppo analitico

5.1 Operazioni preliminari

5.2 Ricerca ed eliminazione dei fosfati

5.3 Precipitazione degli idrossidi

5.4 Separazione e ricerca dell'alluminio: idrolisi dello ione tetraidrossoalluminato, saggio con alizarina S.

5.5 Separazione e ricerca del cromo: saggio con acqua ossigenata in ambiente acido.

5.6 Ricerca del ferro: saggio con tiocianato potassico, saggio con esacianoferrato(II) potassico, saggio con 2,2'-bipiridile.

5.7 Ricerca del manganese: saggio con bismuto sodico.

6. Quarto gruppo analitico

6.1 Precipitazione dei solfuri

6.2 Separazione del manganese e dello zinco

6.3 Ricerca dello zinco: saggio con tioacetammide, saggio con difeniltiocarbazone.

6.4 Dissoluzione dei solfuri di nichel e cobalto

6.5 Ricerca del nichel: saggio con diacetildiossima.

6.6 Ricerca del cobalto: saggio con tiocianato potassico, saggio con tetracianatomercurato ammonico.

7. Quinto gruppo analitico

7.1 Operazioni preliminari

7.2 Precipitazione dei carbonati

7.3 Separazione di calcio, stronzio e bario

7.4 Ricerca del calcio: saggio con ossalato ammonico.

7.5 Ricerca stronzio e bario: saggio con reattivo di Caron.

8. Sesto gruppo analitico

8.1 Ricerca del magnesio: saggio con fosfato bisodico, saggio con chinalizarina.

8.2 Ricerca del litio, del sodio e del potassio

9. Introduzione all'analisi sistematica degli anioni

9.1 Schemi di analisi degli anioni

9.2 Dissoluzione del campione

9.3 Residuo insolubile

10. Primo gruppo analitico

10.1 Precipitazione dei sali di calcio

10.2 Separazione degli ossalati

10.3 Ricerca di solfiti

10.4 Ricerca di arseniti e arseniati

10.5 Ricerca di fosfati

10.6 Ricerca di ossalati

11. Secondo gruppo analitico

11.1 Precipitazione dei sali di bario

11.2 Ricerca dei cromati

11.3 Ricerca dei solfati

12. Terzo gruppo analitico

- 12.1 Precipitazione dei sali di argento
- 12.2 Ricerca di tiocianati
- 12.3 Ricerca di cloruri
- 12.4 Ricerca di bromuri e ioduri

13. Procedimento semplificato per l'analisi degli anioni

- 13.1 Ricerca dei solfati
- 13.2 Ricerca dei nitrati
- 13.3 Ricerca di alogenuri
- 13.4 Ricerca di ossalati
- 13.5 Ricerca diretta sul campione: acetati, borati, carbonati, fluoruri, bromuri, ioduri, cromati, nitrati.

PARTE QUARTA – SOSTANZE DI INTERESSE FARMACEUTICO E TOSSICOLOGICO

1. Introduzione

- 1.1 Farmaco e agente tossico
- 1.2 Farmaco(tossico)cinetica e farmaco(tossico)dinamica

2. Cationi di interesse farmaceutico e tossicologico

- 2.1 Argento
- 2.2 Piombo
- 2.3 Mercurio
- 2.4 Arsenico
- 2.5 Antimonio
- 2.6 Stagno
- 2.7 Rame
- 2.8 Cadmio
- 2.9 Bismuto
- 2.10 Alluminio
- 2.11 Ferro
- 2.12 Cromo
- 2.13 Zinco
- 2.14 Manganese
- 2.15 Cobalto
- 2.16 Nichel
- 2.17 Calcio
- 2.18 Bario
- 2.19 Magnesio
- 2.20 Litio
- 2.21 Sodio
- 2.22 Potassio
- 2.23 Ammonio

3. Anioni di interesse farmaceutico e tossicologico

- 3.1 Acetato
- 3.2 Borato
- 3.3 Perborato
- 3.4 Fluoruro
- 3.5 Cloruro
- 3.6 Ipcloclorito
- 3.7 Bromuro
- 3.8 Ioduro
- 3.9 Nitrato
- 3.10 Nitrito

3.11 (Bi)Solfato

3.12 Silicato

4. Sostanze di interesse farmaceutico e tossicologico

4.1 Acqua ossigenata

4.2 Carbone

4.3 Iodio

4.4 Zolfo

5. Farmacopea Ufficiale

4.1 Farmacopea Ufficiale Italiana

4.2 Farmacopea Europea

4.3 Monografie della Farmacopea Ufficiale Italiana e Europea relative a sostanze inorganiche di interesse farmaceutico e tossicologico

4.4 Reazioni di identificazione secondo Farmacopea Ufficiale Italiana