



**Sapienza Università di Roma
Facoltà di Farmacia e Medicina
Anno Accademico 2018/2019**

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

Dott. Giuseppe La Regina

Programma dettagliato del corso

PARTE PRIMA – INTRODUZIONE AL CORSO (6 ORE)

1. Introduzione

- 1.1 Recapiti docente
- 1.2 Ricevimento studenti
- 1.3 Caratteristiche insegnamento
- 1.4 Orario lezioni
- 1.5 Modalità di esame
- 1.6 Appelli d'esame anno accademico 2018/2019
- 1.7 Obiettivi formativi
- 1.8 Requisiti
- 1.9 Articolazione del corso
- 1.10 Corredo di laboratorio
- 1.11 Testi consigliati
- 1.12 Report verbalizzazione anno accademico 2017/2018
- 1.13 Rilevazione opinione studenti on-line

PARTE SECONDA – SICUREZZA IN LABORATORIO (6 ORE)

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

- 3.1 Aspetti generali

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 Classification, Labelling and Packaging

5.8 Pericoli fisici: esplosivi, gas infiammabili, aerosol infiammabili, gas comburenti, gas sotto pressione, liquidi infiammabili, solidi infiammabili, sostanze e miscele autoreattive, liquidi e solidi piroforici, sostanze e miscele autoriscaldanti, sostanze e miscele che a contatto con l'acqua sviluppano gas infiammabili, liquidi e solidi comburenti, perossidi organici, sostanze o miscele corrosive per i metalli.

5.9 Pericoli per la salute: tossicità acuta, corrosione/irritazione della pelle, gravi lesioni oculari/irritazione oculare, sensibilizzazione delle vie respiratorie o della pelle, mutagenicità sulle cellule germinali, cancerogenicità, tossicità per la riproduzione, tossicità specifica per organi bersaglio (esposizione singola), tossicità specifica per organi bersaglio (esposizione ripetuta), pericolo in caso di aspirazione.

5.10 Pericoli per l'ambiente: ambiente acquatico, strato di ozono.

6. Scheda di dati di sicurezza

6.1 Caratteristiche

6.2 Esempio di scheda di dati di sicurezza: piombo nitrato

6.3 Fonti

7. Etichettatura ed imballaggio

7.1 Agenti chimici

8. Valori limite di esposizione

8.1 Definizione

9. Dispositivi di protezione individuale

9.1 Definizione

10. Dispositivi di protezione collettiva

10.1 Definizione

11. Segnaletica di sicurezza

11.1 Definizione

11.2 Esempi

12. Misure comportamentali nei laboratori chimici

12.1 Definizione

13. Contatto accidentale con agenti chimici

13.1 Introduzione

13.2 Ingestione

13.3 Cute e mucose

13.4 Inalazione

14. Test di apprendimento

15. Rilascio attestato

PARTE TERZA – PRINCIPI GENERALI (14 ORE)

1. Relazione tra il tipo di legame e le proprietà delle sostanze

1.1 Classificazione delle sostanze

1.2 Sostanze ioniche



- 1.3 Sostanze covalenti polari
- 1.4 Sostanze covalenti apolari
- 1.5 Sostanze covalenti reticolari
- 1.6 Metalli
- 1.7 Proprietà degli ossidi

2. *Colore delle sostanze*

- 2.1 Introduzione
- 2.2 Metalli
- 2.3 Composti: ossidi, idrossidi, solfuri.
- 2.4 Colore dei composti e analisi qualitativa

3. *Analisi qualitativa*

- 3.1 Generalità
- 3.2 Reazioni specifiche e procedimenti sistematici

4. *Generalità sulle operazioni di laboratorio*

- 4.1 Scala di operazione
- 4.2 Pulizia corredo di laboratorio
- 4.3 Apparecchiatura per l'analisi: lampada Bunsen.
- 4.4 Operazioni analitiche generali: evaporazione ed ebollizione, calcinazione, fusione.
- 4.5 Esecuzione delle reazioni di riconoscimento
- 4.6 Filtrazione e centrifugazione
- 4.7 Lavaggio dei precipitati
- 4.8 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: miscibilità con acqua, potere solvente.
- 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 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
- 7.8 Soluzioni tampone di interesse analitico
- 7.9 Diagramma di Flood
- 7.10 Reazioni di spostamento
- 7.11 Acidi azeotropici

8. *Precipitazione*



- 8.1 Introduzione
- 8.2 Prodotto di solubilità
- 8.3 Effetto dello ione a comune
- 8.4 Coefficiente di attività e forza ionica
- 8.5 Influenza della forza ionica sulla solubilità
- 8.6 Formazione dei precipitati
- 8.7 Precipitati colloidali
- 8.8 Coprecipitazione e postprecipitazione
- 8.9 Adsorbimento
- 8.10 Invecchiamento dei precipitati
- 8.11 Precipitazione frazionata
- 8.12 Separazione e lavaggio dei precipitati
- 8.13 Ridissoluzione dei precipitati
- 8.14 Precipitazioni incomplete
- 8.15 Interconversione di sostanze poco solubili
- 8.16 Sensibilità delle reazioni
- 8.17 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 e bario
- 9.4 Precipitazione degli elementi come solfuri o idrossidi
- 9.5 pH di precipitazione degli idrossidi
- 9.6 Anfoterismo degli idrossidi
- 9.7 Cause dell'anfoterismo: dimensioni atomiche, elettronegatività del metallo, solubilità dell'idrossido, polarizzazione, costanti di dissociazione.
- 9.8 Effetti dell'anfoterismo
- 9.9 Solubilità degli idrossidi anfoteri in funzione del pH
- 9.10 Solubilità dell'idrossido di alluminio in funzione del pH
- 9.11 Disidratazione degli idrossidi
- 9.12 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 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 e 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 e 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: K_i , pH.
- 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.

PARTE QUARTA – ANALISI QUALITATIVA INORGANICA (24 ORE)

1. *Premessa all'analisi*

- 1.1 Schema generale di 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 sodio tiosolfato), ricerca diretta sul campione (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, saggio per la ricerca dello ione fluoruro).

2. *Analisi sistematica dei cationi*

- 2.1 Introduzione
- 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 potassio ioduro, saggio con stagno(II) cloruro.
- 3.2 Separazione e ricerca del piombo: saggio con potassio cromato, saggio con acido solforico.
- 3.3 Separazione e ricerca del mercurio



3.4 Residuo insolubile: ricerca del bario e dello stronzio, ricerca degli ossidi di cromo e ferro, 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 ammonio molibdato, saggio con miscela magnesiaca.
- 4.5 Ricerca del rame: saggio con tetratiocianatomercurato di zinco.
- 4.6 Ricerca del mercurio: saggio con lamina di rame, saggio con stagno(II) cloruro e ammoniaca, saggi fuori sistematica.
- 4.7 Ricerca del bismuto: saggio con stannito alcalino, saggio con potassio ioduro 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 potassio tiocianato, saggio con potassio esacianoferrato(II), saggio con 2,2'-bipiridile.
- 5.7 Ricerca del manganese: saggio con sodio bismutato.

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 potassio tiocianato, saggio con ammonio tetracianatomercurato.

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

8. Sesto gruppo analitico

- 8.1 Ricerca del magnesio: saggio con sodio idrogeno fosfato, 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 di solfati

13.2 Ricerca di 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 QUINTA – SOSTANZE DI INTERESSE FARMACEUTICO E TOSSICOLOGICO (4 ORE)

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 Ipoclorito
- 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

PARTE SESTA – FARMACOPEE UFFICIALI E MEDICAMENTA (2 ORE)

1. Farmacopee ufficiali

- 1.1 Farmacopea Ufficiale Italiana
- 1.2 Farmacopea Ufficiale Europea
- 1.3 Monografie della Farmacopea Ufficiale Italiana e Europea relative a sostanze inorganiche di interesse farmaceutico e tossicologico
- 1.4 Medicamenta

PARTE SETTIMA – ESERCITAZIONI DI LABORATORIO (60 ORE)

1. Esercitazione n. 1: consegna del corredo di laboratorio
2. Esercitazione n. 2: saggio alla fiamma
3. Esercitazioni n. 3: ricerca diretta sul campione
4. Esercitazioni n. 4: analisi dei cationi
5. Esercitazione n. 5: analisi degli anioni
6. Esercitazione n. 6: saggi di Farmacopea
7. Esercitazione n. 7: esempio di prova incognita
8. Esercitazione n. 8: prova incognita n. 1
9. Esercitazione n. 9: prova incognita n. 2
10. Esercitazione n. 10: riconsegna del corredo di laboratorio