SCIENZE E TECNOLOGIE PER L'AMBIENTE (LB03)

(Lecce - Università degli Studi)

Insegnamento CHIMICA ANALITICA

GenCod A004251

Docente titolare Cosimino MALITESTA

Insegnamento CHIMICA ANALITICA

Anno di corso 3

Insegnamento in inglese ANALYTICAL CHEMISTRY

Lingua ITALIANO

Settore disciplinare CHIM/01

Percorso PERCORSO COMUNE

Corso di studi di riferimento SCIENZE E TECNOLOGIE PER L'AMBIENTE

Tipo corso di studi Laurea

Sede Lecce

Crediti 6.0

Periodo Primo Semestre

Ripartizione oraria Ore Attività frontale: 52.0

Tipo esame Orale

Per immatricolati nel 2017/2018

Valutazione

Erogato nel 2019/2020

Orario dell'insegnamento https://easyroom.unisalento.it/Orario

BREVE DESCRIZIONE DEL CORSO

Il Processo Analitico. Breve trattazione unificata dei metodi volumetrici. Metodi spettroscopici (spettroscopie uv-vis: molecolari di assorbimento e fluorescenza, atomica). Metodi cromatografici (gascromatografia, cromatografia liquida ad alta efficienza). Cenni di spettrometria di massa. Cenni di tecniche ifenate (GC-MS,LC-MS). Metodi elettroanalitici (potenziometria diretta, fondamenti e selezione di tecniche voltammetriche). Richiami di trattamento statistico dei dati.
Esercitazioni.

PREREQUISITI

Lo studente deve possedere nozioni di base di:
chimica
elettricità ed elettromagnetismo, radiazione elettromagnetica
statistica
rappresentazione grafica dei dati sperimentali

Propedeuticità: per sostenere l'esame di Chimica Analitica e Laboratorio d'integrazione lo studente deve aver superato tutti gli esami del primo anno.

OBIETTIVI FORMATIVI

Conoscenze e comprensione

L'insegnamento si propone di illustrare i fondamenti del processo analitico con particolare attenzione alla fase di misura del segnale analitico e alla valutazione dell'incertezza del dato analitico. Vengono presentate sia tecniche analitiche classiche sia strumentali (spettroscopiche, cromatografiche, elettrochimiche e di spettrometria di massa). Non è prevista la conoscenza dei principi del campionamento e del trattamento del campione ed è prevista solo una limitata conoscenza dei metodi per la valutazione dell'incertezza dei risultati analitici.

Capacità di applicare conoscenze e comprensione

Capacità di interloquire in maniera consapevole con il professionista che svolge le analisi chimiche e di comprendere le ragioni alla base della scelta operata delle tecniche analitiche (classiche o strumentali) anche in relazione al rapporto obbiettivi di qualità del dato/costi

Autonomia di giudizio

Capacità di valutare le tecniche analitiche più idonee a concorrere alla soluzione del problema ambientale che si sta affrontando.

Abilità comunicative

Capacità di descrivere i principi delle principali tecniche analitiche sia classiche sia strumentali con alcuni esempi di applicazione ad inquinanti.

Capacità di apprendimento

Capacità di comprendere gli aspetti essenziali dei metodi d'analisi, basati sulle tecniche studiate, prescritti da nuove norme di Legge.

L'insegnamento si propone anche di contribuire all'acquisizione di competenze trasversali, come la capacità di risolvere problemi e la capacità di analizzare e sintetizzare.

METODI DIDATTICI

Sono previsti 4 CFU di lezioni frontali (32 ore) e 2 CFU di esercitazioni (20 ore)
La lezione frontale viene tenuta di norma con l'ausilio di presentazioni PowerPoint.
Alcune esercitazioni di Chimica Analitica si svolgono per piccoli gruppi.

MODALITA' D'ESAME

Esame integrato Chimica Analitica e Laboratorio d'integrazione
Per sostenere l'esame integrato lo studente deve aver superato tutti gli esami del primo anno.
L'esame, orale, inizia con la discussione delle relazioni scritte del Laboratorio d'integrazione e di quelle relative alle esercitazioni di Chimica Analitica per verificare il raggiungimento dei risultati di apprendimento previsti. Consta poi di due o tre quesiti principali di Chimica Analitica,ciascuno dedicato ad una delle principali classi di tecniche della chimica analitica classica e strumentale (tecniche spettroscopiche e di spettrometria di massa, cromatografiche, elettroanalitiche). La votazione è espressa in trentesimi con l'aggiunta eventuale della lode.

Emergenza COVID-19 (nota del delegato alla didattica Prof. Pisanò - comunicazione UniSalento 90/2020): l'esame si svolge usando l'applicazione Teams (DR n.197/2020). Nulla è cambiato riguardo le modalità d'esame.

APPELLI D'ESAME	Le date degli appelli d'esame sono disponibili alla pagina: http://www.scienzemfn.unisalento.it/536 e nel sistema VOL sul portale degli studenti (studenti.unisalento.it)
ALTRE INFORMAZIONI UTILI	**Breve curriculum del Prof. Malitesta in relazione all'insegnamento** Il Prof. Malitesta vanta una lunga esperienza didattica in Chimica Analitica essendo stato nel settore ricercatore sin dal 1988 e professore (prima associato e poi ordinario) dal 1992. Ha maturato una particolare competenza nell'insegnamento della disciplina nei corsi di laurea delle scienze ambientali avendovi tenuto l'insegnamento di Chimica Analitica, sempre corredandolo di una consistente attività esercitazionale in laboratorio, prima in altre sedi e dalla sua attivazione (più di 20 anni) a Lecce. L'attività di ricerca del Prof. Malitesta si svolge interamente nel settore della Chimica Analitica e si sviluppa secondo diverse linee. Alcune di queste sono dedicate al campo delle scienze ambientali e rappresentano un insostituibile supporto all'attività didattica. Vi è in particolare da segnalare lo sviluppo di sensori chimici e biosensori per la determinazione di inquinanti (atrazine, metalli pesanti, bisfenolo, acidi organici alogenati, residui di antibiotici, ecc.) e di metodi di pretrattamento (estrazione di diossina in fase solida mediante l'utilizzo di polimeri a stampo molecolare, estrazione in solvente assistita da microonde per pesticidi fosforati) d'applicazione in matrici ambientali complesse. In tempi recenti l'attività ha riguardato anche l'indagine ambientale di regioni remote come l'Antartide, la caratterizzazione, anche XPS, di particolato atmosferico e la Green Chemistry. Una selezione delle pubblicazioni scientifiche del Prof. Malitesta può essere consultata alla pagina web: http://orcid.org/0000-0002-3547-210X . **Altri docenti coinvolti:** Dott. Elisabetta Mazzotta (ricercatore che svolge attività didattica integrativa). **E'possibile ottenere spiegazioni, oltre che dal docente, anche da:** Dr. Elisabetta Mazzotta: per appuntamento (studio, edificio multipiano (I piano)) tel 0832299452 e-mail elisabetta.mazzotta@unisalento.it)

PROGRAMMA ESTESO

Presentazione della disciplina e del programma. Modalità dell'esame. Il Processo Analitico: campionamento, trattamento, misura del segnale analitico, calcolo del risultato e valutazione dell'incertezza. Analisi qualitativa. Calibrazione e analisi quantitativa. Principali caratteristiche di un metodo analitico. Classificazione delle tecniche analitiche: differenze e ambiti di applicazione.
Metodi chimici. Metodi volumetrici: titolazioni. Definizione e individuazione del punto equivalente. Pendenza al p.eq. e accuratezza. Indicatori acido-base. Curva di titolazione. Pendenza al p.eq.: influenza di concentrazione e costante di equilibrio. Titolazione acido forte-base forte monoprotici: curva di titolazione. Scelta indicatore. Classificazione titolazioni. Titolazione acido debole-base forte monoprotici: curva di titolazione. Breve trattazione unificata dei metodi volumetrici: potere tampone e curve di titolazione. Miscele di acidi monoprotici: curve di titolazione e selettività. Titolazione acido poliprotico debole - base forte monoprotica: curve di titolazione e stechiometria ai punti equivalenti.
Introduzione ai metodi spettroscopici d'analisi. Richiami di fisica della radiazione elettromagnetica.
Spettroscopia molecolare di assorbimento uv-vis. Trasmittanza e Assorbanza. Spettri di assorbimento. Cenni di teoria delle transizioni elettroniche nelle molecole e spettri di assorbimento. Legge di Beer. Misura di T. Deviazioni reali dalla Legge di Beer. Deviazioni apparenti: chimiche e strumentali (radiazione non monocromatica, radiazione parassita). Strumentazione: materiali trasparenti, sorgenti. Selettori di lunghezza d'onda. Filtri ad assorbimento. Filtri ad interferenza. Monocromatori a reticolo: reticolo di diffrazione in riflessione. Rivelatori. Fototubo, tubo fotomoltiplicatore. Richiami di fisica dei semiconduttori. Fotodiodo. Schema a blocchi di strumenti: monoraggio, doppio raggio nello spazio e nel tempo. Rivelatori a serie di diodi e spettrofotometri multicanale. Analisi di miscele: problema della selettività.

Metodi di Luminescenza. Meccanismi di rilassamento. Fluorescenza e fosforescenza molecolare.
Resa quantica. Relazione struttura - fluorescenza. Schema a blocchi di spettrofluorimetro. Spettri di eccitazione e spettri di emissione (analisi qualitativa). Fluorescenza: analisi quantitativa. Applicazioni analitiche della fluorescenza molecolare.
Spettroscopia atomica: particolarità nei confronti della spettroscopia molecolare. Classificazione delle tecniche. Spettroscopia atomica di assorbimento: sorgente e sistema di atomizzazione. Allargamento della riga spettrale. Lampada a catodo cavo. Processi che concorrono alla e che competono con l'atomizzazione. Atomizzazione in fiamma. Bruciatore laminare. Atomizzazione elettrotermica. Analisi quantitativa in AAS. Interferenze fisiche, chimiche. Metodo delle aggiunte standard.
Interferenze spettrali: da specie atomiche. Interferenze da specie molecolari: emissione e assorbimento. Radiazione modulata e correttore del fondo a lampada di deuterio. Spettroscopia atomica di emissione. Analisi multielementare. Metodo dello standard interno. ICP-AES. Torcia al plasma. Strumenti sequenziali e simultanei. Comparazione tra i metodi di spettroscopia atomica.
Introduzione generale alla cromatografia. Classificazione dei metodi cromatografici. Teoria generale della cromatografia. Ripartizione tra fase stazionaria e fase mobile. Tempo di ritenzione e tempo morto. Teoria cinetica. Migrazione differenziale. Fattore di capacità e coefficiente di selettività. Allargamento di banda ed efficienza cromatografica. Altezza del piatto teorico H e numero dei piatti teorici. Equazione di Van Deemter. Significato dei termini dell'equazione di Van Deemter: diffusione longitudinale, eddy diffusion, resistenza al trasferimento di massa. Parametri modificabili di un sistema cromatografico per migliorare H. Risoluzione cromatografica e contributo di ritenzione, migrazione differenziale ed efficienza cromatografica. Miglioramento della risoluzione. Eluizione a gradiente. Analisi qualitativa e quantitativa mediante cromatografia.
Gascromatografia. Schema a blocchi di gascromatografo. Colonne impaccate e capillari. Fasi stazionarie silossaniche. Iniettore. FID, TCD, ECD.
HPLC. Tecniche analitiche di cromatografia liquida ed ambito di applicazione. Schema di cromatografo liquido. Valvola d'iniezione. Pompe. Rivelatori: UV-vis a lunghezza d'onda fissa e diode-array, a indice di rifrazione, elettrochimico. Cromatografia di ripartizione a fase inversa legata. Cromatografia in fase inversa a coppia ionica. Cromatografia a scambio ionico. Cromatografia ad

esclusione dimensionale.
Spettrometria di massa. Spettro di massa: ione molecolare e frammentazione.Schema di uno spettrometro di massa. Sistema d'introduzione. Rivelatore. Analizzatori: caratteristiche generali. Analizzatore a settore magnetico e a doppia focalizzazione. Analizzatore a tempo di volo. Analizzatore quadrupolare. Sorgenti a ionizzazione elettronica e chimica. Informazioni analitiche dalla MS. Cenni di GC-MS e LC-ESI-MS. TIC e SIM.
Generalità sulle tecniche elettroanalitiche. Tecniche potenziometriche. Potenziale di giunzione liquida. Elettrodi di riferimento. Metodi potenziometrici. Potenziale di giunzione liquida. Elettrodi di riferimento. Elettrodi indicatori. Origine del potenziale. L'elettrodo a vetro. Errore alcalino. Elettrodi ionoselettivi per gli ioni alcalini. Elettrodi a membrana cristallina per il floruro. Elettrodi a membrana liquida.
Tecniche elettroanalitiche a corrente diversa da zero. Tecniche voltammetriche. Corrente e cinetica elettrochimica. Processi elettrochimicamente reversibili. Tecniche stazionarie e transienti: voltammetria ad elettrodo a disco rotante, voltammetria a scansione lineare ad elettrodo piano in soluzione quiescente. Voltammetria di stripping anodico.

Esercitazioni.

TESTI DI RIFERIMENTO

Testi consigliati
-D.C.Harris, "Chimica Analitica Quantitativa", III edizione, Zanichelli, Bologna
-Skoog, West, Holler, Crouch, "Chimica Analitica Strumentale", prima edizione, EdiSES, Napoli
-Skoog, West, Holler, Crouch, "Fondamenti di Chimica Analitica", II edizione, EdiSES, Napoli
-R.Kellner e altri, Chimica Analitica, EdiSES, Napoli

Per le esercitazioni si consiglia l'uso degli appunti personali presi in occasione delle presentazione delle esercitazioni ed eventuale materiale integrativo distribuito a riguardo dal docente.