

# SCIENZE AMBIENTALI (LM60)

(Lecce - Università degli Studi)

## Insegnamento CHIMICA ANALITICA DELLE MATRICI AMBIENTALI

GenCod A004539

Docente titolare Cosimino MALITESTA

**Insegnamento** CHIMICA ANALITICA DELLE MATRICI AMBIENTALI

**Insegnamento in inglese** ANALYTICAL CHEMISTRY OF ENVIRONMENTAL

**Settore disciplinare** CHIM/01

**Corso di studi di riferimento** SCIENZE AMBIENTALI

**Tipo corso di studi** Laurea Magistrale

**Crediti** 6.0

**Ripartizione oraria** Ore Attività frontale: 52.0

**Per immatricolati nel** 2019/2020

**Erogato nel** 2020/2021

**Anno di corso** 2

**Lingua** ITALIANO

**Percorso** PERCORSO COMUNE

**Sede** Lecce

**Periodo** Secondo Semestre

**Tipo esame** Orale

**Valutazione**

**Orario dell'insegnamento**

<https://easyroom.unisalento.it/Orario>

### BREVE DESCRIZIONE DEL CORSO

- Campionamento in chimica analitica. Relazione con gli altri step del processo analitico. Campionamento random, sistematico e per cluster. Composizione di campioni. Stima del numero e della dimensione minimi dei campioni. Stima del numero di campioni per dati spazialmente e temporalmente correlati. Aspetti pratici del campionamento di sistemi di interesse ambientale.
  - Conservazione e trattamento del campione.
  - Selezione di metodiche ufficiali d'analisi per gli inquinanti in campo nazionale, europeo, internazionale.
  - Metodologie analitiche avanzate d'applicazione nella chimica analitica delle matrici ambientali.
  - Speciazione. Elementi di chemiometria
  - Determinazioni mediante misurazioni in-situ. Sensori: elettrochimici, ottici, gravimetrici ecc.
  - Il controllo e l'assicurazione di qualità nella chimica analitica delle matrici ambientali.
- Esercitazioni.

### PREREQUISITI

I prerequisiti sono posseduti da coloro che superano la prova d'ammissione. Si potrà prevedere il richiamo di concetti di chimica analitica di base a fronte di studenti con una limitata formazione di primo livello in chimica.

Non sono previste propedeuticità.

---

## OBIETTIVI FORMATIVI

### Conoscenze e comprensione

L'insegnamento si propone di illustrare il processo analitico nel caso di matrici di interesse ambientale, con l'introduzione a tutti i suoi aspetti specifici (campionamento, trattamento del campione, ecc.), alle relative problematiche ed alla valutazione dell'incertezza del risultato. Oltre alle metodologie che hanno trovato accoglimento nella legislazione, viene illustrata una selezione di metodologie innovative, che promettono di passare dai laboratori di ricerca a quelli di controllo.

### Capacità di applicare conoscenze e comprensione

Capacità di formulare correttamente la domanda di attività di analisi chimica al professionista incaricato e di controllare le sue scelte in relazione al rapporto obiettivi di qualità del dato/costi

### Autonomia di giudizio

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

### Abilità comunicative

Capacità di descrivere le principali metodologie analitiche d'applicazione nel campo ambientale.

### Capacità di apprendimento

Capacità di comprendere gli aspetti essenziali dei metodi d'analisi 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 per l'insegnamento:

4 CFU di lezioni frontali (32 ore) e 2 CFU di attività di laboratorio ed esercitazioni (20 ore).

La lezione frontale viene tenuta di norma con l'ausilio di presentazioni PowerPoint.

---

## MODALITA' D'ESAME

L'esame è integrato con quello di Chimica Fisica dei Sistemi Ecologici (CFSE).

L'esame, orale, inizia con la discussione delle relazioni scritte relative alle esercitazioni di Chimica Analitica delle Matrici Ambientali (CAMA), per verificare il raggiungimento dei relativi risultati di apprendimento previsti. Consta poi di due o tre quesiti principali di CAMA e di uno o due quesiti di CFSE. La votazione è espressa in trentesimi con l'aggiunta eventuale della lode.

---

## APPELLI D'ESAME

Le date degli appelli d'esame sono disponibili alla pagina: <http://www.scienzefn.unisalento.it/536> e nel sistema VOL sul portale degli studenti ([studenti.unisalento.it](http://studenti.unisalento.it))

**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 (quasi 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) e di metodi di pretrattamento/remediation (estrazione di diossina in fase solida mediante l'utilizzo di polimeri a stampo molecolare, estrazione in solvente assistita da microonde per pesticidi fosforati, rimozione di inquinanti oleosi, fenoli) 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. Tutte le attività descritte rientrano nella Chimica Sostenibile.

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](mailto:elisabetta.mazzotta@unisalento.it))

Presentazione della disciplina, del programma e delle modalità d'esame. Il ruolo della Chimica Analitica nella Scienze Ambientali.

Qualità nel processo analitico. Assicurazione di qualità nel processo analitico. Accredimento. Validazione. Accuratezza. Precisione. Linearità, Intervallo. LOD e LOQ. Selettività. Robustezza. Controllo di qualità.

Fondamenti del campionamento ambientale. Relazione con le altre fasi del processo analitico. Glossario. Piano di campionamento. Unità di campionamento e incrementi. Distribuzioni spaziali di variabili ambientali. Modelli sperimentali per l'estrazione di campioni. Campionamento casuale semplice. Campionamento casuale stratificato. Campionamento sistematico. Composizione di campioni. Stima del numero minimo e della dimensione dei campioni. Test per stabilire se la popolazione è ben mescolata o segregata. Stima della dimensione del campione per una popolazione ben mescolata. Stima del numero e dimensione dei campioni per una popolazione segregata. Approccio di Visman. Stima del numero di campioni per la valutazione di distribuzioni spaziali. Semivariogramma e metodo di Kriging. Campionamento: problemi collegati ai dispositivi di campionamento. Modifiche indotte dal campionatore. Modifiche all'interno del campionatore. Contaminazione dal campionatore. Conservazione dei campioni: additivi chimici, controllo della temperatura. Contenitori di campioni. Valori tipici della varianza di campionamento e dell'analisi. Aspetti pratici del campionamento ambientale. Campionamento dell'atmosfera. Campionamento della fase gas. Inorganici. Organici: VOC e SOC. Campionamento della fase particolare. Frazione respirabile, toracica e inalabile. Campionatori dell'aerosol atmosferico: singolo stadio, dicotomo, impattore a cascata. Cenni di campionamento di deposizioni umide e secche. Atmosfera dei luoghi di lavoro. Campionatori statici e personali. Campionamento di sorgenti fisse. Campionamento di sorgenti mobili: emissioni da autoveicoli. Campionamento di acque. Acque superficiali e industriali. Acque di falda. Sedimenti. Ghiacci e nevi. Campionamento di suolo. Fase solida. Fase liquida (soil solution). Fase gas.

Clean-up e preconcentrazione di campioni ambientali. Matrici acquose. Rimozione del solvente. Estrazione (liquido-liquido) con solvente. Estrazione in fase solida. Microestrazione in fase solida. Precipitazione ed elettrodeposizione. ASV. Scambio ionico e complessazione. Estrazione mediante ultrasuoni. Estrazione mediante liquidi pressurizzati. Pretrattamento di campioni d'aria. Trappole adsorbenti. Purge and trap. Trappole fredde e criogeniche. Derivatizzazione. Pretrattamento di campioni di suolo. Estrazione in Soxhlet. Estrazione in fluido supercritico.

Determinazione di inquinanti gassosi in aria. Composizione e caratteristiche dell'atmosfera. Hazardous air pollutants: classificazione, caratteristiche, tempi di vita. Scala locale e scala globale. Gas serra e misure sui ghiacci perenni. Misure basate su metodi spettroscopici. LIDAR. Determinazione di inquinanti gassosi inorganici e organici correlati. CO: determinazione mediante spettroscopia infrarossa non-dispersiva. CO: analizzatori elettrochimici. CO, CH<sub>4</sub>, idrocarburi totali: determinazione FID e GC-FID. Sonda potenziometrica per CO<sub>2</sub>. Composti dello zolfo. Rivelatore a fotometria di fiamma (FPD) per SO<sub>2</sub>. Determinazione per fluorescenza di SO<sub>2</sub>. Determinazione coulometrica di SO<sub>2</sub>. Rivelatore per chemiluminescenza dello zolfo. Composti dello zolfo ridotto. Composti dell'azoto. Determinazione di NO ed NO<sub>2</sub> per chemiluminescenza. Determinazione di NH<sub>3</sub> in campioni di aria. Cenni di Long-Path uv absorption per OH. Determinazione di inquinanti organici gassosi in aria. VOC: OX, TOX, STRAT, CLIM, FORM, SVOC, GC di VOC. GC bidimensionale. VOC: detector per GC.

Generalità sulle matrici acquose ambientali. Classificazioni degli inquinanti inorganici. Caratterizzazione delle acque con parametri non sostanza-specifici: solidi sospesi e filtrabili, pH, acidità e alcalinità. Durezza, conducibilità elettrica. Tecniche analitiche per la determinazione di metalli in tracce. Determinazioni di anioni. Nitriti e nitrati. Fosfati, cianuri. Solfuri, solfati, tiosolfati, cloruri, silicati, fluoruri. Determinazione di gas disciolti. Cloro, ammoniacale, ossigeno (metodo di Winkler, elettrodo di Clark). FIA. Determinazione di inquinanti organici in matrici acquose. Generalità. Inquinanti organici prioritari EPA. Parametri collettivi di inquinanti organici. BOD<sub>5</sub>, COD. TOC, TOD. Determinazione IR di idrocarburi totali. Elettroforesi capillare e cromatografia elettrocinetica

micellare: generalità e applicazione alla determinazione di PAH, pesticidi, ecc. Determinazione di fenoli. Metodo colorimetrico con la 4-aminoantipirina per i fenoli totali. Tensioattivi e metodo colorimetrico con il blu di metilene. Determinazioni di singoli inquinanti organici in matrici acquose. GC-MS. TIC e SIM.

Caratterizzazione chimica del particolato atmosferico. Classificazione dimensionale. Particolato naturale e antropogenico. Particolato primario e secondario. Distribuzione spaziale delle specie chimiche nelle particelle. Elementi in tracce (metalli pesanti). Richiami di spettroscopia atomica (FAAS, ETA-AAS, ICP-OES). XRF, PIXE. Cenni di ICP-MS. Le interferenze isobariche. Confronto di tecniche di spettroscopia/spettrometria atomica nella determinazione di elementi in tracce nel PM. Organic particulate matter. Carbonio totale, OC, CC, EC. IPA, pesticidi clorurati, PCB, diossine e dibenzofurani. Cenni al miglioramento di selettività/identificazione in MS mediante l'uso dei picchi isotopici e MS/MS. Cenni all'analisi delle diossine e HRMS. Cenni di analisi per diluizione isotopica. Speciazione nell'analisi ambientale: necessità. Fattori che influenzano la speciazione. Il problema analitico della speciazione. Metodi sperimentali e computazionali. Metodi sperimentali: con separazione o diretti. Tecniche specie-specifiche: ISE, ASV, spettroscopia elettronica. Tecniche ifenate. GC- spettroscopie atomiche. Generazione di idruri. ASV e frazione labile.

Cenni di chemiometria. Analisi delle componenti principali. Cluster analysis. Esempi di applicazioni di PCA e CA ai dati ambientali.

Generalità sui sensori chimici. Classificazione dei sensori: per elemento di riconoscimento (biosensori), per trasduttore (elettrochimici, FET, piezoelettrici, a cristallo fotonico). Esempi di applicazioni di biosensori nel monitoraggio ambientale. Elementi artificiali di riconoscimento: MIP. Applicazioni analitiche dei MIP in campo ambientale. XPS: fondamenti ed applicazioni ambientali. Normativa: esempi di legislazione italiana (derivante da direttive comunitarie) e USA. Osservazioni sulle prescrizioni riguardanti i metodi analitici.

Esercitazioni.

---

## TESTI DI RIFERIMENTO

### Testi consigliati

- Fundamentals of environmental sampling and analysis, Chunlong Zhang, Wiley (2007)
- Environmental Analytical Chemistry, F. W. Fifield and P. J. Haines. Blackwell Science ( 2000)
- Environmental Analytical Chemistry, D. Pérez-Bendito S. Rubio, Elsevier (1998)
- Introduction to Environmental Analysis, Roger N. Reeve, J. WILEY (1994)
- Environmental Trace Analysis, John R. Dean, Wiley (2014)
- Analytical Chemistry, R.Kellner e altri (editori), Wiley-VCH (1998)