

SCIENZE E TECNOLOGIE PER L'AMBIENTE (LB03)

(Lecce - Università degli Studi)

Insegnamento CHIMICA ANALITICA

Insegnamento CHIMICA ANALITICA

Anno di corso 3

Insegnamento in inglese

Lingua

Settore disciplinare CHIM/01

Percorso PERCORSO COMUNE

GenCod A006490

Docente titolare Cosimino MALITESTA

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

Per immatricolati nel 2021/2022

Valutazione

Erogato nel 2023/2024

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, per frequentare con profitto, deve possedere nozioni di base di: chimica, elettricità e magnetismo, radiazione elettromagnetica, statistica, algebra ed analisi matematica, rappresentazione grafica dei dati sperimentali.

Propedeuticità: per sostenere l'esame di Chimica Analitica lo studente deve aver superato gli esami di Istituzioni di Matematica, Chimica Generale ed Inorganica, Fisica.

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 obiettivi 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.

Le esercitazioni di laboratorio (frequenza obbligatoria 75% ore) sono presentate a tutti nello stesso momento in un'aula, si svolgono poi in laboratorio per gruppi.

MODALITA' D'ESAME

Per sostenere l'esame, integrato con Elementi di Chimica degli inquinanti, lo studente deve aver superato gli esami di Chimica Generale ed Inorganica, Fisica, Istituzioni di Matematica.

L'esame, orale, inizia con la discussione delle relazioni scritte delle 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), ed uno o due di Elementi di Chimica degli inquinanti. Saranno valutati la conoscenza e la padronanza degli argomenti e l'appropriatezza del linguaggio usato per esporli, nonché la comprensione delle relazioni tra argomenti diversi del programma. La votazione è espressa in trentesimi con l'aggiunta eventuale della lode.

La forma orale indirizza lo studente verso l'abitudine a formulare risposte puntuali e coerenti con il problema posto aiutandolo a seguire un percorso logico come conseguenza dell'interazione continua con la commissione attraverso le richieste di chiarimento sul pensiero esposto.

APPELLI D'ESAME

Il calendario esami è consultabile al seguente link:
https://easytest.unisalento.it/Calendario/Dipartimento_di_Scienze_e_Tecnologie_Biologiche_ed

Ricevimento

Il ricevimento si tiene presso lo studio del docente (Laboratorio di Chimica Analitica, primo piano, palazzina A6 - DiSTeBA) per appuntamento da concordare di persona o per e-mail.

Tutoraggio

Il docente è tutor degli studenti riportati al seguente link: <https://www.scienzefn.unisalento.it/web/834089/1088>, che saranno ricevuti presso lo studio del docente (Laboratorio di Chimica Analitica, primo piano, palazzina A6 - DiSTeBA) per appuntamento da concordare di persona o per e-mail.

Informazioni sul materiale didattico

Studenti frequentanti

La presentazione Power Point (pdf) sarà messa a disposizione, dopo ciascuna lezione, in una cartella condivisa di Google Drive, comunicata durante la prima lezione, accessibile con il proprio indirizzo @studenti.unisalento.it. Per agevolare lo studente saranno messe a disposizione fin dall'inizio le presentazioni dell'aa precedente, con l'avvertenza che modifiche, anche significative, potrebbero essere apportate nell'aa corrente. Le presentazioni non sostituiscono la frequenza delle lezioni e delle esercitazioni, ma possono rappresentare, se utilizzate insieme agli appunti personali presi durante la presentazione ed all'eventuale consultazione dei testi consigliati, un utile ausilio nella preparazione dell'esame, che si può sostenere anche senza utilizzarle.

Studenti non frequentanti le lezioni

Non è prevista la messa a disposizione di materiale didattico aggiuntivo rispetto all'indicazione dei testi consigliati.

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, PFAS, nano/microplastiche, ecc.) 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. Molte delle 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>.

Presentazione della disciplina e del programma. Modalità dell'esame. Il Processo Analitico: definizione del problema e del problema analitico, campionamento, trattamento, misura del segnale, calcolo del risultato e valutazione dell'incertezza. Analisi qualitativa. Calibrazione e analisi quantitativa. Principali caratteristiche di un metodo analitico: accuratezza, precisione, sensibilità, limite di rivelabilità, intervallo di concentrazione, selettività. 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. Titolazione acido forte-base forte monoprotici: punto equivalente. Titolazione acido forte-base forte monoprotici: curva di titolazione. Scelta indicatore. Classificazione titolazioni. Titolazione acido debole-base forte monoprotici: curva di titolazione. Miscele di acidi monoprotici: approccio matematico al calcolo della curva di titolazione. Breve trattazione unificata dei metodi volumetrici: potere tampone e curve di titolazione. Miscele di acidi monoprotici e selettività delle titolazioni. 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. Misura della trasmittanza. Spettri di assorbimento. Cenni di teoria delle transizioni elettroniche nelle molecole e relazione con gli spettri di assorbimento. Relazione struttura-proprietà di assorbimento. Legge di Beer. Deviazioni reali dalla legge di Beer. Deviazioni apparenti: chimiche. Deviazioni apparenti: strumentali. Uso di radiazione policromatica. Deviazioni apparenti: 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. Fotodiode. Schema a blocchi di strumenti: monoraggio, doppio raggio nello spazio e nel tempo. Rivelatori a serie di diodi e spettrofotometri multicanale. Analisi qualitativa e quantitativa mediante la spettroscopia molecolare di assorbimento nel campo uv-vis. Analisi di miscele: problema della selettività.

Introduzione generale alla cromatografia. Classificazione dei metodi cromatografici. Teoria generale della cromatografia. Distribuzione tra fase stazionaria e fase mobile; ripartizione ed adsorbimento. Tempo di ritenzione e tempo morto. Fattore di capacità e coefficiente di selettività. Teoria cinetica. Migrazione differenziale nella teoria cinetica della cromatografia. 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 e fattori che li influenzano. Risoluzione cromatografica e contributo di ritenzione, migrazione differenziale ed efficienza cromatografica. Miglioramento della risoluzione. Eluizione a gradiente. Analisi qualitativa mediante cromatografia. Analisi quantitativa mediante cromatografia. Metodo dello standard interno ed applicazione in GCedLC. Gascromatografia. Schema a blocchi di gascromatografo. Colonne impaccate e capillari. Fasi stazionarie silossaniche. Iniettore. FID, TCD, ECD.

Introduzione ai metodi di luminescenza molecolare. Meccanismi di rilassamento. Fluorescenza e fosforescenza molecolare. Resa quantica di fluorescenza. 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. Introduzione alla spettroscopia atomica. Particolarità nel confronto con la spettroscopia molecolare. Classificazione delle tecniche. Spettroscopia atomica di assorbimento: sorgente e sistema di atomizzazione. Allargamento della riga spettrale: contributo da effetto Doppler e da effetto di pressione o lorenziano. Lampada a catodo cavo. Processi che concorrono all'atomizzazione e che competono con l'atomizzazione. Atomizzazione in fiamma. Bruciatore laminare. Atomizzazione elettrotermica. Analisi qualitativa e 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. ICP-AES. Torcia al plasma. Strumenti sequenziali e simultanei. Comparazione tra i metodi di spettroscopia atomica.

Introduzione alle tecniche di cromatografia liquida analitica: 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, fluorimetrico, a indice di rifrazione, elettrochimico, conduttimetrico. Cromatografia di ripartizione a fase inversa legata. Cromatografia a scambio ionico. Cromatografia ad esclusione dimensionale.

Spettrometria di massa: introduzione. 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. Sorgente a ionizzazione elettronica. Sorgenti a ionizzazione elettronica e chimica. Informazioni analitiche dalla MS (analisi qualitativa: massa molecolare, formula bruta). Informazioni analitiche dalla MS (analisi qualitativa: struttura). Analisi quantitativa di miscele complesse: le tecniche ipenate. Cenni di GC-MS e LC-ESI-MS. TIC e SIM. Generalità sulle tecniche elettroanalitiche. Tecniche potenziometriche. Potenziale di giunzione liquida. Elettrodi di riferimento per le fasi acquose. Origine del potenziale negli elettrodi redox. Elettrodi indicatori a membrana. L'elettrodo a vetro. Origine del potenziale. Errore alcalino. Elettrodi ionoselettivi per gli ioni alcalini. Elettrodi a membrana cristallina (elettrodo per il fluoruro). Elettrodi a membrana liquida (elettrodo per lo ione calcio). Attività. Analisi qualitativa e quantitativa. Tecniche elettroanalitiche a corrente non nulla. Introduzione alle tecniche voltammetriche. Corrente e cinetica elettrochimica. Processi elettrochimicamente reversibili. Tecniche stazionarie e transienti: voltammetria con voltammogramma sigmoidale, voltammetria a scansione lineare ad elettrodo piano in soluzione quiescente. Voltammetria differenziale pulsata. Voltammetria di stripping anodico. Dettagli sperimentali per le tecniche voltammetriche.

Esercitazioni di laboratorio con applicazione di metodi statistici applicati all'elaborazione dei dati ottenuti in alcune di esse.

TESTI DI RIFERIMENTO

Testi consigliati per la consultazione

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

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