

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 2021/2022

Erogato nel 2022/2023

Anno di corso 2

Lingua

Percorso VALUTAZIONE DI IMPATTO E MONITORAGGIO AMBIENTALE

Sede Lecce

Periodo Secondo Semestre

Tipo esame Orale

Valutazione

Orario dell'insegnamento

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

BREVE DESCRIZIONE DEL CORSO

- Il ruolo della Chimica Analitica nella formazione del laureato nelle Scienze Ambientali.
 - Il controllo e l'assicurazione di qualità nella Chimica Analitica delle Matrici Ambientali.
 - 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.
- 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. Saranno valutate la conoscenza e la padronanza degli argomenti, la correttezza del linguaggio tecnico utilizzato, nonché la capacità di cogliere le relazioni tra argomenti diversi. La votazione è espressa in trentesimi con l'aggiunta eventuale della lode.

APPELLI D'ESAME

Il calendario esami è consultabile al seguente link: <https://www.scienzefn.unisalento.it/536>.

Ricevimento

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

Presentazione della disciplina, del programma e delle modalità d'esame. Il ruolo della Chimica Analitica nella formazione del laureato nelle 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 SVOC. 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. Richiami di 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, CH₄, idrocarburi totali: determinazione FID e GC-FID. Sonda potenziometrica per CO₂. Composti dello zolfo. Rivelatore a fotometria di fiamma (FPD) per SO₂. Determinazione per fluorescenza di SO₂. Determinazione coulometrica di SO₂. Rivelatore per chemiluminescenza dello zolfo. Composti dello zolfo ridotto. Composti dell'azoto. Determinazione di NO ed NO₂ per chemiluminescenza. Determinazione di NH₃ in campioni di aria. 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, ammoniaca, 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. BOD₅, 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. Richiami di MS, 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. Richiami di fondamenti di tecniche potenziometriche. Tecniche specie-specifiche: ISE. Richiami di tecniche voltammetriche. ASV (prima parte). Spettroscopia elettronica. Metodi di separazione off-line: setacciatura, centrifugazione, ultrafiltrazione, dialisi, scambio ionico, estrazione con solvente. Tecniche ifenate (separazione on-line): tecniche separative-spettroscopie atomiche. Metodi cinetici di speciazione. ASV (seconda parte) e frazione labile. Metodi basati su equilibri in competizione. Determinazione della frazione liposolubile.

Cenni di chemiometria. Analisi delle componenti principali. Analisi di raggruppamento (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, ottici). Esempi di applicazioni di biosensori nel monitoraggio ambientale. Elementi artificiali di riconoscimento: MIP. Applicazioni ai sensori biomimetici dei MIP in campo ambientale. Trend nello sviluppo di sensori per il campo ambientale.

Caratterizzazione analitica di microplastiche.

I metodi analitici per il controllo ambientale nelle disposizioni regolatorie (ambito nazionale, europeo,internazionale).

TESTI DI RIFERIMENTO

Testi consigliati per la consultazione

- 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)