



# UNIVERSITÀ DI PISA

---

## CHIMICA ANALITICA II + LABORATORIO

**MARIA PERLA COLOMBINI**

Anno accademico 2017/18  
CdS CHIMICA  
Codice 068CC  
CFU 9

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
CHIMICA ANALITICA II + LABORATORIO	CHIM/01	LEZIONI	93	MARIA PERLA COLOMBINI ILARIA DEGANO

### Obiettivi di apprendimento

#### *Conoscenze*

Il corso di Chimica Analitica II e Laboratorio fornirà allo studente conoscenze in merito all'analisi chimica, a partire dalla acquisizione e validazione del dato analitico e dalle strategie di campionamento, e di trattamento del campione. Lo studente al termine del corso avrà inoltre acquisito conoscenze rispetto alla teoria e alle applicazioni pratiche in chimica analitica di metodiche basate su tecniche di spettroscopia atomica (assorbimento, emissione, fluorescenza) e cromatografiche (gas, liquido e fluido supercritico) con relativi rivelatori. Lo studente avrà acquisito conoscenze in particolari per quanto riguarda la spettrometria di massa.

Lo studente inoltre, grazie alle esercitazioni in laboratorio, avrà acquisito abilità nella preparazione e nel trattamento dei campioni; nella calibrazione delle strumentazioni tramite metodi di taratura; nell'interpretazione di dati analitici (integrazione di segnali); nel corretto impiego di semplice strumentazione analitica.

Al termine del corso lo studente sarà in grado di padroneggiare il linguaggio specifico richiesto per esporre la teoria relativa agli argomenti studiati. Lo studente sarà in grado di produrre semplici report relativi a un'analisi chimica.

#### *Modalità di verifica delle conoscenze*

Per l'accertamento delle conoscenze saranno svolte delle esercitazioni in aula (le soluzioni saranno discusse in gruppi e con il docente). Nel corso delle esperienze di laboratorio, sarà verificata la capacità dello studente di effettuare operazioni di chimica analitica di base e di operare con la strumentazione a disposizione.

#### *Capacità*

Al termine del corso:

- lo studente sarà in grado di descrivere e commentare un semplice protocollo analitico per la quantificazione di un analita inorganico o organico noto, e di ipotizzare i passaggi necessari per effettuare una calibrazione e una quantificazione
- lo studente sarà in grado di presentare e commentare i dati analitici raccolti durante il corso di laboratorio anche tramite semplici metodi statistici di analisi dei dati

#### *Modalità di verifica delle capacità*

Al termine di ciascuna esperienza di laboratorio sarà richiesta la compilazione di un breve report, che sarà corretto e discusso con i gruppi di lavoro.

#### *Comportamenti*

Grazie alla frequenza del corso, da parte dello studente

- sarà acquisito il linguaggio appropriato per la discussione degli argomenti del corso;
- saranno acquisite opportune accuratezza e precisione nello svolgere attività di raccolta e analisi di dati sperimentali;
- lo studente potrà acquisire e/o sviluppare capacità di lavoro di gruppo.

#### *Modalità di verifica dei comportamenti*

- Durante le lezioni frontali sarà stimolata la discussione tra il docente e gli studenti
- Durante le sessioni di laboratorio saranno valutati il grado di accuratezza e precisione delle attività svolte
- Il rigore nella presentazione dei dati sarà verificato anche tramite la correzione dei report prodotti al termine di ciascuna esperienza di laboratorio



## UNIVERSITÀ DI PISA

---

### Prerequisiti (conoscenze iniziali)

Sono requisiti la conoscenza di:

- Matematica di base: media, deviazione standard, distribuzione. Sarebbe utile la conoscenza della teoria dell'errore
- Chimica-fisica di base: orbitali, distribuzione di Boltzmann, differenze tra spettroscopia atomica e molecolare
- Analitica: concetto di standard primario e secondario, soluzione standard, diluizione. Conoscenza della legge di Lambert-Beer

### Indicazioni metodologiche

- lezioni frontali, con ausilio di slide
- esercitazioni in aula: ciascuno studente esegue esercizi poi commentati collettivamente, oppure si usano i PC delle aule informatiche
- esercitazioni di laboratorio: si formano gruppi, si effettuano le esperienze di laboratorio e si riportano i dati acquisiti in specifici report
- il sito di elearning del corso viene impiegato dal docente per fornire materiali didattici e i risultati dei test, mentre le comunicazioni docente-studenti avvengono tramite posta elettronica e ricevimenti su richiesta degli studenti

### Programma (contenuti dell'insegnamento)

- Il concetto di procedura analitica. Limite di rivelabilità di una procedura analitica. I materiali di riferimento certificati e il loro impiego per la validazione delle procedure analitiche. Esercizi di intercalibrazione. Carte di controllo. Controllo ed assicurazione di qualità dei dati analitici.
- Il campionamento ed il trattamento del campione. Metodi basati sulla digestione della matrice, metodi basati sull'estrazione dell'analita dalla matrice: estrazione liquido/liquido (discontinua e continua), estrazione liquido/solido (soxhlet, SPE, SPME), estrazione con fluido supercritico, estrazione purge and trap.
- Tecniche Cromatografiche: generalità sulle tecniche separative e loro classificazione. Teoria dei piatti teorici. Teoria delle velocità. Le equazioni della cromatografia. Programmata di temperatura in GC. Gradiente di eluizione in HPLC. Sistemi di iniezione e di rivelazione per GC e per HPLC. Impiego della spettrometria di massa come rivelatore in HPLC e GC. Cenni sulla cromatografia in fase supercritica.
- Tecniche spettrofotometriche: Spettrometria di emissione, fluorescenza e assorbimento atomico. Sorgenti di radiazione. Sorgenti di atomi: fiamma, ICP, fornello di grafite. ICP-MS. Metodi per la correzione degli assorbimenti non specifici: correzione con lampada a deuterio, correzione Smith-Hjeltie, correzione Zeeman. Fattori che limitano il range dinamico lineare in spettrometria di assorbimento atomico. Effetto matrice e modificatori di matrice.
- La sicurezza in laboratorio. Trattamento statistico dei dati sperimentali. Distribuzione delle medie. Limiti di confidenza. Test di significatività. Outliers.
  
- Esercitazioni di laboratorio: applicazioni dei metodi cromatografici e spettrometrici per la determinazione di composti ed elementi in tracce in campioni acquosi provenienti da varie matrici. Verifica del range dinamico lineare e calcolo del limite di rivelabilità.
- In particolare, esercitazioni con tecniche cromatografiche: cromatografia su strato sottile (TLC), gas cromatografia (GC), cromatografia liquida ad alta pressione (HPLC). Esercitazioni di laboratorio con spettroscopia di assorbimento atomico (AAS). Verifica del range dinamico lineare e calcolo del limite di rivelabilità. Esecuzione di analisi riguardanti la determinazione di elementi in campioni di varia natura.
- Esercitazioni nel laboratorio informatico; trattamento dati in cromatografia GC/MS.

### Bibliografia e materiale didattico

Chimica Analitica Strumentale

Autori: Kenneth A. Rubinson e Judith F. Rubinson

Casa editrice: Zanichelli, 2002

ISBN: 88 - 08 -08959 – 2

Elementi di Chimica Analitica

Autori: D.C. Harris

Casa editrice: Zanichelli, 1999

ISBN: 88-08-09981-4

Chimica Analitica Strumentale II Edizione

Autori: F.J. Holler, D.A.Skoog, S.R. Crouch

Casa editrice: EdiSES, 2009

ISBN: 9788879593427

### Indicazioni per non frequentanti

-



## UNIVERSITÀ DI PISA

---

### Modalità d'esame

L'esame è composto da una prova scritta e una prova orale.

La prova scritta consiste in:

Tre esercizi da risolvere e due domande a risposta aperta riguardanti gli aspetti teorici/descrittivi del corso, cui dare una risposta breve (15 righe). La prova si svolge in un'aula normale, dura 2 ore e una volta superata rimane valida per l'aa in corso.

- La prova scritta è superata se:

Lo studente totalizza un punteggio superiore a 18/30 (ciascun esercizio dà diritto da zero a 6 punti). Lo studente è ammesso in ogni caso all'esame orale, ma nel caso di punteggio inferiore a 18/30 viene sottoposto a nuova valutazione (gli vengono sottoposti ulteriori esercizi).

- La prova orale consiste in:

un colloquio tra il candidato e i docenti del corso di teoria e laboratorio. Durante la prova orale potrà essere richiesto al candidato di risolvere anche problemi/esercizi scritti davanti al docente nel caso in cui abbia fallito uno o più esercizi nel compito scritto. La durata media del colloquio è di 35 minuti.

- La prova orale è non superata se:

il candidato mostra di non essere in grado di esprimersi in modo chiaro e di usare la terminologia corretta, oppure se il candidato non risponde correttamente almeno due domande corrispondenti alla parte più basilare del corso. Sarà valutata negativamente l'incapacità di correlare le informazioni fornite nel corso con quanto da lui appreso nei corsi di base degli anni precedenti. Per il superamento dell'esame è necessario che lo studente sappia descrivere le esperienze effettuate in laboratorio.

### Altri riferimenti web

-

### Note

-

*Ultimo aggiornamento 07/07/2017 14:26*