



# UNIVERSITÀ DI PISA

---

## CHIMICA ANALITICA STRUMENTALE E LABORATORIO

### ROGER FUOCO

|                 |   |
|-----------------|---|
| Anno accademico | 2020/21                                 |
| CdS             | CHIMICA PER L'INDUSTRIA E<br>L'AMBIENTE |
| Codice          | 116CC                                   |
| CFU             | 9                                       |

|   |           |         |     |                                   |
|---|-----------|---------|-----|-----------------------------------|
| Moduli  | Settore/i | Tipo    | Ore | Docente/i                         |
| CHIMICA ANALITICA<br>STRUMENTALE E<br>LABORATORIO | CHIM/01   | LEZIONI | 138 | FABIO DI FRANCESCO<br>ROGER FUOCO |

#### Obiettivi di apprendimento

##### *Conoscenze*

Al termine del corso lo studente avrà acquisito:

1. le conoscenze di base relative alle fonti primarie degli errori sperimentali ed alle procedure per il controllo e l'assicurazione di qualità dei dati analitici;
2. le conoscenze di base relative agli aspetti teorici, strumentali ed applicativi delle principali tecniche analitiche strumentali di tipo spettroscopico, elettroanalitico e cromatografico.

##### *Modalità di verifica delle conoscenze*

La verifica delle conoscenze sarà effettuata in due fasi:

- valutazione dell'elaborato scritto, sugli argomenti trattati nel corso delle lezioni in aula, e della sua eventuale discussione nel corso del colloquio orale;
- valutazione delle relazioni relative alle esercitazioni strumentali condotte in laboratorio e la loro eventuale discussione nel corso del colloquio orale.

##### *Capacità*

Al termine del corso lo studente sarà in grado di :

- impostare ed eseguire una misura analitica impiegando le tecniche strumentale presentate nel corso delle lezioni ed utilizzate in laboratorio;
- presentare in una relazione scritta i risultati delle misure sperimentali.

##### *Modalità di verifica delle capacità*

La verifica delle capacità sarà condotta mediante:

- lo svolgimento di analisi strumentali condotte direttamente dallo studente su campioni forniti dal docente;
- la preparazione da parte dello studente di relazioni scritte, per ogni esperienza di laboratorio, che riportino i risultati ottenuti.

##### *Comportamenti*

- Lo studente potrà acquisire e/o sviluppare sensibilità nei confronti dei parametri strumentali più importanti per la corretta esecuzione della misura sperimentale.
- Lo studente potrà saper gestire le problematiche relative alla condivisione di un laboratorio di chimica analitica strumentale con altri soggetti.
- Lo studente potrà acquisire e/o sviluppare sensibilità nei confronti della qualità e dell'interpretazione dei dati sperimentali raccolti.

##### *Modalità di verifica dei comportamenti*



## UNIVERSITÀ DI PISA

- Durante le lezioni in aula sarà valutato il livello di attenzione dello studente mediante il suo coinvolgimento nella discussione di un argomento o nella risoluzione di esercizi.
- Durante le sessioni di laboratorio saranno valutati il grado di accuratezza e precisione delle attività svolte.

### Prerequisiti (conoscenze iniziali)

Conoscenze di base della chimica analitica.

### Indicazioni metodologiche

- Frequenza alle lezioni;
- studio individuale;
- ricerca bibliografica.

Frequenza: fortemente consigliata

### Programma (contenuti dell'insegnamento)

Elementi di statistica. Errori casuali e sistematici. Distribuzione delle medie. Intervallo di confidenza. Limiti di confidenza. Test di significatività. Outliers. Esercitazioni sui test di significatività.

Tecniche Voltammetriche e Polarografiche. Generalità sulle tecniche polarografiche e voltammetriche. Polarografia d.c.. Equazione di Ilkovic. Corrente capacitiva. Tecniche ad impulsi. Voltammetria di stripping anodico. Confronto dei limiti di rivelabilità. Campi di applicabilità.

Tecniche Cromatografiche. Generalità sulle tecniche separative e loro classificazione. La teoria dei piatti: Fattore di capacità e fattore di risoluzione. Efficienza di una colonna cromatografica. Parametri caratteristici di un picco cromatografico. Forma gaussiana della curva di eluizione. Teoria delle velocità. Equazione di Van Deemter e sue implicazioni. Programmata di temperatura in GC. Gradiente di eluizione in HPLC. Sistemi di iniezione e sistemi di rivelazione. Impiego della spettrometria di massa.

Componenti e funzionamento di uno spettrofotometro UV-vis. Sorgenti, monocromatore, rivelatori. Rapporto segnale/rumore, modulazione dei segnali. Motivi di deviazione dalla legge di Beer-Lambert.

Componenti e funzionamento di uno spettrofotometro atomico. Sorgenti, atomizzatore a fiamma, atomizzatore elettrotermico, torcia al plasma, correzione assorbimenti non specifici.

Controllo di qualità del dato analitico Controllo di qualità dei dati analitici. Tracciabilità del campione. Controllo analitico interno. Campioni di riferimento certificati.. Campioni di riferimento "spiked". Esercizi di intercalibrazione. Standard interno ed esterno. Curve di calibrazione. Prove in "bianco". Carte di controllo.

### Bibliografia e materiale didattico

- K.A. Rubinson, J.F. Rubinson Chimica Analitica Strumentale, Ed. Zanichelli, ISBN 88-08-08959-2
- J.C. Miller and J.N. Miller, Statistics for Analytical Chemistry, Ed. Ellis Horwood PTR Prentice Hall, Chichester (England), ISBN 0 13 030990

I libri di testo suggeriti saranno integrati con specifiche pubblicazioni scientifiche.

#### Lettere suggerite:

- IUPAC, *Harmonized guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories*, Pure & Appl. Chem., vol. 67, 649-666, 1995
- Analytical Methods Committee of the RSC, *Uncertainty of measurement: implication of its use in analytical sciences*, Analyst, vol. 120, 2303-2308, 1995
- Analytical Methods Committee of the RSC, *Internal quality control of analytical data*, Analyst, vol. 120, 29-34, 1995
- R. J. Horwarth, *Quality control charting for the analytical laboratory*, Analyst, vol. 120, 1851-1873, 1995

### Modalità d'esame

L'esame sarà condotto in due fasi:

- prova scritta, con tre quesiti sugli argomenti trattati nel corso delle lezioni in aula, e sua discussione nel corso del colloquio orale;
- relazioni scritte sulle esercitazioni strumentali condotte in laboratorio e loro discussione nel corso del colloquio orale.

### Altri riferimenti web

Tutto il materiale didattico relativo alle lezioni in aula è disponibile al sito e-learning del DCCI:

<https://polo3.elearning.unipi.it/>

al quale si accede con le credenziali UNIPI

Ultimo aggiornamento 30/07/2020 12:42