



# UNIVERSITÀ DI PISA

---

## ANALISI CHIMICO TOSSICOLOGICA CON ELEMENTI DI CHIMICA ANALITICA APPLICATA CON PROCEDURA DI CONVALIDA

**GIUSEPPE SACCOMANNI**

Anno accademico 2020/21  
CdS SCIENZE DEI PRODOTTI  
ERBORISTICI E DELLA SALUTE  
Codice 271CC  
CFU 12

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
ANALISI CHIMICO TOSSICOLOGICA CON ELEMENTI DI CHIMICA ANALITICA APPLICATA CON PROCEDURA DI CONVALIDA - MODULO 1	CHIM/08	LEZIONI	58	LIDIA CICCONE GIUSEPPE SACCOMANNI
ANALISI CHIMICO TOSSICOLOGICA CON ELEMENTI DI CHIMICA ANALITICA APPLICATA CON PROCEDURA DI CONVALIDA - MODULO 2	CHIM/08	LEZIONI	58	LIDIA CICCONE GIUSEPPE SACCOMANNI

### Obiettivi di apprendimento

#### Capacità

Al termine del corso lo studente possiede le conoscenze di base teoriche e pratiche per svolgere analisi di tipo chimico-tossicologico. In particolare lo studente è in grado di: - conoscere le caratteristiche analitiche di sostanze, in relazione alle comuni tipologie strutturali, nelle principali matrici - comprendere i principali metodi di analisi di sostanze e/o prodotti di degradazione - applicare specifiche metodologie e tecniche analitiche mediante esercitazioni.

#### Modalità di verifica dei comportamenti

La verifica dell'apprendimento mira a valutare le capacità teoriche e pratiche acquisite dallo studente durante la frequenza delle lezioni frontali e delle esperienze di laboratorio. In particolare si verificano le seguenti competenze:

- Padronanza della terminologia analitica avanzata strumentale e delle basi teoriche degli argomenti dell'insegnamento;
- Capacità di effettuare le normali operazioni di laboratorio di analisi quali-quantitativa;
- Preparazione specifica riguardante gli utilizzi, le reazioni, la tossicità e le procedure analitiche dei composti presi in esame;
- Capacità critica nella valutazione e nell'interpretazione dei risultati analitici di laboratorio.

#### Prerequisiti (conoscenze iniziali)

Conoscenze di chimica inorganica, chimica organica ed elementi di stechiometria.

#### Indicazioni metodologiche

Il corso di 12 CFU, si articola in due moduli. Il primo (6 CFU) composto da 4 CFU di lezioni frontali in cui verranno discusse: la preparazione di opportune miscele acquose a titolo noto (concentrazione, pH e tonalità ionica); le principali strategie estrattive applicate all'analisi di campioni di matrici complesse ed esempi di determinazioni qualitative in matrici. Il corso sarà affiancato da esercitazioni di laboratorio durante le quali lo studente compilerà un quaderno di laboratorio (2 CFU).

Il secondo modulo (6 CFU) composto da 4 CFU di lezioni frontali in cui verranno discusse le fasi preliminari e operative per l'utilizzo delle principali tecniche strumentali, applicate all'analisi di campioni di matrici complesse. Il corso sarà affiancato da esercitazioni di laboratorio (prevalentemente strumentale) durante le quali lo studente compilerà un quaderno di laboratorio (2 CFU). Entrambe le esercitazioni hanno lo scopo finale di fornire a ciascuno studente la possibilità definire strategie operative per applicare metodiche analitiche differenti per l'identificazione e la determinazione qualitative e/o quantitativa in matrici anche secondo normative (es. ICH).



## UNIVERSITÀ DI PISA

---

### Programma (contenuti dell'insegnamento)

Programma delle esercitazioni frontali e delle esperienze di laboratorio

Principi, scopi e problematiche dell'analisi chimico-tossicologica. Caratteri peculiari dell'analisi chimico-tossicologica applicata al controllo qualità.

Studio e valutazione delle concentrazioni degli analiti presenti all'equilibrio in soluzioni acquose (Equilibri simultanei).

Preparazione di fasi acquose con varie caratteristiche (pH, concentrazione, tonalità ionica).

Determinazioni potenziometriche e conduttimetriche di soluzioni acquose.

Metodi di campionamento e di pretrattamento delle matrici utili per successive analisi strumentali: metodi estrattivi classici (es. liquido-liquido, precipitazione), estrazione in fase solida (SPE).

Determinazione qualitativa e semiquantitativa di sostanze presenti in matrici liquide o solide.

Determinazione quantitativa: normalizzazione, retta di taratura, standard di riferimento. Convalida del metodo analitico in riferimento parametri di convalida secondo linee guida internazionali.

Cromatografia: principi generali. Storia della cromatografia. Teoria cromatografica: volume e tempi di ritenzione, fattore di capacità, numero dei piatti teorici. Fattore di separazione, ritenzione relativa, risoluzione.

Cromatografia su colonna classica: meccanismo, fasi stazionarie, fasi mobili, parametri che influenzano la separazione. Cromatografia Flash e su strato sottile. Rf.

Generalità delle tecniche separative strumentali: cromatografia liquida (HPLC, UPLC), cromatografia ionica, elettroforesi capillare (CE) e Gas cromatografia. Principi peculiari di ciascuna tecnica analitica e relative strumentazioni. Generalità sulle diverse fasi stazionarie: silice (fase diretta), silice derivatizzata (fase inversa). Generalità sulle fasi mobili liquide e gassose. Applicazione a campioni di varie tipologie. Spettroscopia atomica: strumentazione, analisi quantitativa. Esempi di applicazioni di composti in campioni di varia origine e composizione.

Tipi di detection, principi relativi al loro funzionamento, accoppiamento alle tecniche separative ed effetti sulla performance analitica: strumentazione, analisi quantitativa, processi di derivatizzazione pre- e post-colonna. Applicazione all'analisi chimico-tossicologica in matrici complesse.

### Bibliografia e materiale didattico

Eventuali articoli di letteratura scientifica discussi durante le lezioni frontali.

Materiale utilizzato come supporto delle lezioni.

### SOLO PER LA CONSULTAZIONE:

Skoog D.A., West D.M., Holler F.J., Crouch S.R. "Fondamenti di Chimica Analitica", EdiSES s.r.l., 2005.

Skoog D.A., Holler F.J., Crouch S.R. "Chimica Analitica Strumentale", EdiSES s.r.l., 2009.

Hage D.S. "Chimica Analitica e Analisi Quantitativa", Piccin, 2012.

### Modalità d'esame

Per il primo modulo, la verifica è effettuata sulla base di un esame scritto che consta di alcune domande inerenti sia la parte teorica sia la parte pratica di laboratorio. Per il secondo modulo, la verifica è effettuata sulla base di un esame orale che consta di alcune domande inerenti sia la parte teorica sia la parte pratica di laboratorio attraverso esempi di casi di studio presenti nella letteratura scientifica. Durante le esercitazioni di laboratorio è previsto lo svolgimento di prove pratiche il cui esito viene riportato dallo studente all'interno di un proprio quaderno di laboratorio, che il docente controlla periodicamente e che costituisce parte integrante della votazione finale.

*Ultimo aggiornamento 17/09/2020 09:52*