



UNIVERSITÀ DI PISA

CHIMICA ANALITICA V

VINCENZO PALLESCHI

Anno accademico	2021/22
CdS	CHIMICA
Codice	179CC
CFU	6

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
CHIMICA ANALITICA V	CHIM/01	LEZIONI	48	BEATRICE CAMPANELLA VINCENZO PALLESCHI

Obiettivi di apprendimento

Conoscenze

Al termine del corso lo studente avrà acquisito:

1. le conoscenze relative alle fonti primarie degli errori sperimentali ed alle procedure per il controllo e l'assicurazione di qualità dei dati analitici e per la validazione di un metodo analitico;
2. le conoscenze relative agli aspetti teorici, strumentali ed applicativi delle seguenti tecniche analitiche strumentali: Spettroscopia LIBS, Spettroscopia di emissione al plasma ad arco scintilla e glow discharge, Spettroscopia di assorbimento e di fluorescenza atomica, ICP-MS, spettroscopia fotoelettronica a raggi X, spettroscopia Auger, Fluorescenza a Raggi X, Spettroscopia Molecolare, FT-IR, Spettroscopia Raman, spettroscopia SERS.

Modalità di verifica delle conoscenze

La verifica delle conoscenze sarà effettuata sugli argomenti trattati nel corso delle lezioni in aula e della loro discussione nel corso del colloquio orale.

Capacità

Al termine del corso lo studente sarà in grado di :

- valutare la qualità dei dati analitici e verificare la correttezza della procedura di validazione di un metodo analitico;
- impostare una misura analitica impiegando le tecniche strumentali presentate nel corso delle lezioni in aula.

Modalità di verifica delle capacità

La verifica delle capacità sarà condotta mediante:

- un colloquio orale sugli argomenti trattati durante le lezioni in classe;
- la discussione critica su un articolo, scelto dallo studente, attinente alle tecniche discusse nel corso.

Comportamenti

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 acquisire e/o sviluppare sensibilità nei confronti della qualità dei dati sperimentali raccolti.

Modalità di verifica dei comportamenti

Durante le lezioni sarà valutato il livello di attenzione dello studente mediante il suo coinvolgimento nella discussione degli argomenti del corso.

Prerequisiti (conoscenze iniziali)

Conoscenze di base di Fisica, Chimica e Matematica, di una laurea di primo livello in materie scientifiche.

Indicazioni metodologiche



UNIVERSITÀ DI PISA

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

Frequenza: fortemente consigliata

Programma (contenuti dell'insegnamento)

Elementi di statistica: funzione di Gauss, media, deviazione standard esattezza, precisione. Errori sistematici ed errori casuali. Teorema del limite centrale ed intervallo di confidenza. Valutazione dell'accuratezza di una misura analitica. Materiali di riferimento certificati. Procedure di QC&QA. Parametri relativi alla validazione di un metodo analitico.

Spettroscopia LIBS, micro-LIBS, LAMIS, Nanoparticle Enhanced LIBS. Applicazioni della tecnica LIBS.

Fluorescenza a Raggi X e sue applicazioni.

Il trattamento del campione per l'analisi elementare (wet digestion e dry ashing) e le fonti di errore.

Generalità sulle transizioni atomiche (diagrammi di Grotrian).

Spettroscopia di emissione al plasma, ad arco scintilla e glow discharge: strategie per l'introduzione del campione, strumentazione, interferenze, limiti e applicazioni.

Spettroscopia di assorbimento e di fluorescenza atomica: strumentazione, interferenze, limiti e applicazioni.

Chemical vapor generation: meccanismi di generazione degli idruri, configurazioni strumentali, determinazione e speciazione di mercurio, arsenico, selenio, interferenze e agenti mascheranti. Cenni di photochemical vapor generation

Spettrometria di massa atomica: metodi di introduzione del campione, interfaccia plasma-spettrometro, analizzatori, detector, interferenze e metodi di riduzione, effetto matrice, analisi isotopica e metodi accurati di quantificazione, laser ablation ICP-MS, single particle ICP-MS. Altre tecniche di spettrometria di massa atomica (GD-MS, TIMS, SIMS).

Spettroscopia elettronica: spettroscopia fotoelettronica a raggi X, spettroscopia Auger, confronto tra le tecniche di analisi di superficie.

Spettroscopia IR e Raman: breve revisione della parte teorica, approfondimento sulla parte strumentale e pratica.

Spettroscopia SERS: limiti della spettroscopia Raman e strategie per superarli, teoria plasmonica, meccanismi SERS, metodi di sintesi di nanoparticelle e loro caratterizzazione.

Elementi di Chemometria applicati all'analisi di dati acquisiti con le tecniche precedenti.

Discussione di esempi applicativi.

Bibliografia e materiale didattico

- Palleschi, V.
Laser-induced breakdown spectroscopy: principles of the technique and future trends (2020) ChemTexts, 6 (2), art. no. 18.
- Campanella, B., Palleschi, V., Legnaioli, S. Introduction to vibrational spectroscopies (2021) ChemTexts, 7 (1), art. no. 5.
- 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 testi consigliati saranno integrati con le slide delle lezioni e specifiche pubblicazioni scientifiche.

Lecture 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

Esame orale

Altri riferimenti web

Le slide delle lezioni del corso si trovano al seguente link:

<https://www.dropbox.com/sh/jn4am7cck0dq3gv/AAAD5Cel8Z83iF119zC-DDJBa?dl=0>

Note

Commissione d'esame:

Presidente: Vincenzo Palleschi

Membri: Beatrice Campanella

Ultimo aggiornamento 16/09/2021 20:53