



UNIVERSITÀ DI PISA

CHIMICA ANALITICA STRUMENTALE E LABORATORIO

TOMMASO LOMONACO

Anno accademico	2022/23
CdS	CHIMICA PER L'INDUSTRIA E L'AMBIENTE
Codice	116CC
CFU	9

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
CHIMICA ANALITICA STRUMENTALE	CHIM/01, CHIM/01	LEZIONI	138	FABIO DI FRANCESCO TOMMASO LOMONACO

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)

Introduzione generale ai metodi analitici strumentali.

Elementi di statistica: funzione di Gauss; descrittori statistici (media, mediana, deviazione standard, interquartile ed ecc); definizione di errori casuali e sistematici; intervallo di confidenza; ipotesi nulla; confronto tra metodi analitici; definizione di outliers e loro identificazione; validazione di una procedura analitica; definizione di materiali certificati e loro utilizzo in chimica analitica.

Principi teorici della Cromatografia. Coefficiente di distribuzione; tempo di ritenzione e tempo morto; fattore di capacità; selettività; efficienza e numero di piatti teorici; teoria del piatto teorico; teoria cinetica e fattori che influiscono sull'allargamento del picco cromatografico; principi di fluidodinamica ed equazione di Van Deemter; risoluzione e sua relazione con i parametri cromatografici.

Gas Cromatografia: colonne e fasi stazionarie, parametri di flusso e fast-GC, indici di Kovats e costanti di McReynolds; sistemi di iniezione in GC (split-splitless, PTV ed ecc); rivelatori per GC (FID, PID, ECD e TCD); metodi di derivatizzazione in GC.

Cromatografia liquida: pompe; iniettori; colonne; fasi stazionarie e mobili; gradienti binari e ternari; rivelatori per LC (spettrofotometrico, spettrofluorimetrico, a indice di rifrazione ed elettrochimico).

Cromatografia ionica: principi di separazione e rivelazione conduttimetrica.

Cenni di Spettrometria di Massa: sorgenti di ioni (impatto elettronico e ionizzazione chimica); analizzatori di massa a tempo di volo; deflessione magnetica a singola e doppia focalizzazione; quadrupolo; rivelatori di ioni; risoluzione e spettri di massa; -esempi di spettri di massa e cromatogrammi TIC e SIM/MRM.

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.

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
- Chimica analitica strumentale di Douglas A. Skoog, James F. Holler, Stanley R. Crouch, ISBN: 8879593420

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.



UNIVERSITÀ DI PISA

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 19/09/2022 09:46