



UNIVERSITÀ DI PISA

SOLID STATE PHYSICOCHEMICAL METHODS

MARCO GEPPI

Anno accademico
CdS

2023/24
MATERIALS AND
NANOTECHNOLOGY
281CC
6

Codice
CFU

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
SOLID STATE PHYSICOCHEMICAL METHODS	CHIM/02	LEZIONI	48	MARCO GEPPI FRANCESCA MARTINI LUCA MENICHETTI VINCENZO PALLESCHI

Obiettivi di apprendimento

Conoscenze

Al termine del corso lo studente avrà acquisito:

MODULO 1:

i concetti base teorici e sperimentali delle spettroscopie e una conoscenza generica delle varie tecniche spettroscopiche;
i concetti teorici della spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare (NMR) allo stato solido, le principali tecniche sperimentali e delle principali applicazioni ai materiali.

MODULO 2:

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;
le conoscenze relative agli aspetti teorici, strumentali ed applicativi delle seguenti tecniche analitiche strumentali: Spettroscopia di Assorbimento Atomico, ICP-OES, Spettroscopia LIBS, spettrometria di massa ed Imaging Mass Spectrometry (IMS), Spettrometria di massa inorganica, Secondary Ion Mass spectrometry (SIMS), Fluorescenza a Raggi X, Spettroscopia Molecolare, FT-IR, Spettroscopia Raman.

Modalità di verifica delle conoscenze

MODULO 1: La verifica sia delle conoscenze di base richieste per la comprensione degli argomenti trattati nel corso, che dell'acquisizione dei concetti di volta in volta trattati sarà accertata in aula, mediante domande e, più in generale, interagendo costantemente con gli studenti. In seguito potranno essere momenti di verifica delle conoscenze i ricevimenti ed, infine, l'esame orale.

MODULO 2: La verifica delle conoscenze sarà effettuata sulla base dell'elaborato scritto, sugli argomenti trattati nel corso delle lezioni in aula, e della sua discussione nel corso del colloquio orale.

Capacità

Al termine del corso lo studente sarà in grado di :

- conoscere in modo approfondito i concetti base della spettroscopia in generale e della Risonanza Magnetica Nucleare allo stato solido (teoria, tecniche sperimentali e applicazioni) in particolare;
- 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 strumentale presentate nel corso delle lezioni in aula;
- discutere una presentazione orale sull'attività svolta durante il corso usando un linguaggio adeguato.

Modalità di verifica delle capacità

La verifica delle capacità sarà condotta mediante:

- discussione dei concetti e delle conoscenze che dovrebbe aver acquisito durante il corso, dovendo in particolare dimostrare la capacità di applicare tali concetti a varie situazioni teoriche e pratiche;
- un colloquio orale sugli argomenti trattati durante le lezioni in classe;
- la discussione sulla scelta della tecnica strumentale più idonea ad ottenere una definita informazione chimica su un campione reale.



UNIVERSITÀ DI PISA

Comportamenti

Comportamenti

- Lo studente potrà acquisire la capacità di utilizzare i concetti trattati in questo corso per risolvere problemi teorici e pratici connessi all'uso delle tecniche spettroscopiche in generale e della spettroscopia NMR a stato solido in particolare.
- 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 in aula sarà valutato il livello di attenzione dello studente mediante il suo coinvolgimento nella discussione di un argomento o nella risoluzione di esercizi.

Prerequisiti (conoscenze iniziali)

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

Indicazioni metodologiche

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

Frequenza: fortemente consigliata

Programma (contenuti dell'insegnamento)

Spettroscopie: Basi della spettroscopia molecolare: lo spettro elettromagnetico, radiazioni elettromagnetiche e loro interazioni con le molecole (assorbimento, emissione, scattering), livelli energetici e diversi tipi di transizioni, popolazioni dei livelli energetici all'equilibrio termico. Breve trattazione delle diverse tecniche spettroscopiche: Risonanza Magnetica Nucleare (NMR), Risonanza di Spin Elettronico (ESR), spettroscopie ottiche, Raman, Fotoelettroniche e Mossbauer.

Spettroscopia NMR: Teoria di base dell'NMR: lo spin nucleare, le interazioni nucleari, i tempi di rilassamento. L'NMR applicata allo stato solido: peculiarità, confronto con l'NMR in soluzione, il ruolo delle anisotropie. Esperimenti 1D a bassa ed alta risoluzione, tecniche 2D di separazione e correlazione, spin diffusion.

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 di Assorbimento Atomico, ICP-OES, Spettroscopia LIBS, LAMIS. Applicazioni industriali della tecnica LIBS.

Tecniche di spettrometria di massa ed Imaging Mass Spectrometry (IMS). Applicazioni.

Spettrometria di massa inorganica: principi teorici e strumentali. Applicazioni.

Secondary Ion Mass spectrometry (SIMS): principi teorici e strumentali. Applicazioni in ambito nucleare e forense, ed alla caratterizzazione di superfici e di materiali particellari. Time-of-flight - SIMS: applicazioni di cluster nell'analisi di superfici. Strumentazione ed esempi applicativi.

Fluorescenza a Raggi X e sue applicazioni.

Spettroscopia Molecolare, FT-IR, Spettroscopia Raman.

Esercitazioni pratiche e discussione di esempi applicativi.

Bibliografia e materiale didattico

Oltre alle copie delle slides usate nelle lezioni frontali, si consigliano argomenti selezionati dai seguenti testi:

- Chimica Fisica, di P. Atkins, J. de Paula e J. Keeler.
- Understanding NMR spectroscopy, di J. Keeler.
- Spin Dynamics, di M.H. Levitt.
- Solid-state NMR, principles methods and applications, di K. Muller e M. Geppi
- 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 consigliati saranno integrati con specifiche pubblicazioni scientifiche.

Letture 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



UNIVERSITÀ DI PISA

MODULO 1:

- L'esame è composto da una prova orale.
- La prova orale consiste in un colloquio della durata media di 45-50 minuti tra il candidato e la commissione e può riguardare tutti gli argomenti trattati nelle ore di didattica frontale.
- il colloquio avrà esito positivo se lo studente dimostrerà di essere in grado di esprimersi in modo chiaro e di usare la terminologia scientifica corretta e se dimostrerà di aver compreso un numero sufficiente di concetti e di aver acquisito un livello sufficiente delle conoscenze che caratterizzano questo insegnamento

MODULO 2: Esame orale

Altri riferimenti web

Gli appunti del prof. Palleschi si trovano al seguente link:

<https://www.dropbox.com/sh/zswjng1qifn3ss9/AABKkRxMmqw9ucHkbbkQUmpkxa?dl=0>

Gli appunti del prof. Menichetti si trovano al seguente link:

<https://drive.google.com/drive/folders/0B5-MDLXIL57fRkFCSEFNTVzhDdE0?usp=sharing>

Ultimo aggiornamento 19/09/2023 11:45