



UNIVERSITÀ DI PISA

METODI DI ANALISI DI SOSTANZE DI INTERESSE NUTRACEUTICO-ALIMENTARE

SILVIA SALERNO

Anno accademico 2023/24
CdS SCIENZE DELLA NUTRIZIONE UMANA
Codice 412CC
CFU 6

Moduli	Settore/i	Tipo	Ore	Docente/i
METODI DI ANALISI DI SOSTANZE DI INTERESSE NUTRACEUTICO-ALIMENTARE	CHIM/08	LEZIONI	52	SILVIA SALERNO

Obiettivi di apprendimento

Conoscenze

Al termine del corso lo studente avrà acquisito una conoscenza generale dei metodi di analisi qualitativa e quantitativa, delle principali tecniche utili nell'analisi delle sostanze di interesse nutraceutico-alimentare.

Modalità di verifica delle conoscenze

Per la verifica delle conoscenze saranno svolte delle esercitazioni durante il semestre di lezione.

Capacità

Al termine del corso lo studente avrà sviluppato una capacità critica nella valutazione di dati sperimentali (valutazione di accuratezza e precisione dei risultati) e nella scelta del corretto metodo di analisi.

Modalità di verifica delle capacità

Sarà possibile accertarsi dell'acquisizione delle capacità sopracitate tramite le esercitazioni svolte durante il semestre di lezione.

Comportamenti

Al termine del corso saranno acquisite le conoscenze dei metodi di analisi classici e strumentali, da applicarsi nel campo delle analisi di sostanze di interesse nutraceutico-alimentare.

Modalità di verifica dei comportamenti

Correzione degli esercizi con il docente.

Prerequisiti (conoscenze iniziali)

Sono richieste le conoscenze degli argomenti base della chimica generale, inorganica ed organica.

Prerequisiti per studi successivi

Le conoscenze di base del corso sono consigliate per illa comprensione delle tematiche dei corsi del semestre successivo.

Indicazioni metodologiche

Le lezioni sono erogate in presenza con l'ausilio della proiezione di diapositive che il docente mette a disposizione sul sito e-learning (ed eventualmente su Teams).

Programma (contenuti dell'insegnamento)

Introduzione all'analisi chimica. Stadi di un'analisi chimica. Classificazione dei metodi di analisi, procedure, protocollo, analita, campione, misura, misurazione, matrice, interferenze. Principi delle tecniche volumetriche di analisi; neutralizzazione, complessazione, precipitazione. Metrologia. Unità fondamentali del sistema internazionale. Unità di concentrazione. Caratteristiche dei risultati di un'analisi. Sensibilità,



UNIVERSITÀ DI PISA

selettività, accuratezza, e precisione. Cifre significative. Arrotondamenti. Affidabilità di un risultato e statistica: Calcolo della media. Definizione di errori grossolani, sistematici, casuali. Deviazione standard. Distribuzione di Gauss. Trattamento e valutazione dati statistici. Retta di regressione lineare.

Le soluzioni: definizione, concetto di soluto e solubilità. Diluizioni. Definizioni di miscele, soluzioni e sospensioni. Modi di esprimere il contenuto delle soluzioni: molarità, molalità, percentuale p/p o v/v, parti per milione.

Analisi gravimetrica: generalità, bilance analitiche ed elettroniche. Precisione ed accuratezza. Operazioni dell'analisi gravimetrica:

precipitazione, digestione, filtrazione, lavaggio del precipitato, essiccamento e/o incenerimento e/o calcinazione, pesata, calcolo dei risultati, fattore gravimetrico e fattore analitico.

Equilibri acido-base. Definizione di acido e base. Autoprotolisi dell'acqua. Reazioni acido base: costante di acidità e di basicità. Soluzioni contenenti acido forte (o base forte). Soluzioni contenenti acido debole (o base debole). Calcolo del pH di acidi e basi forti. Calcolo del pH di acidi e basi deboli. Sali derivanti da acidi e basi forti, sali derivanti da acidi deboli e basi forti, sali derivanti di acidi forti e basi deboli e relativo calcolo del pH. Soluzione tampone: definizione e calcolo del pH.

Titolazioni di neutralizzazione. Andamento del pH e della curva di titolazione per: titolazioni acido forte/base forte, acido debole/base forte, base forte/acido forte, base debole/acido forte. Gli indicatori. Preparazione di soluzioni a titolo noto: standardizzazione, standard primari, standard secondari, sostanze madri e loro caratteristiche. Applicazioni.

Equilibri di complessazione metallo – legante. La formazione di complessi di metalli. Costanti di stabilità. Dipendenza della stabilità del complesso dalla natura chimica del metallo e dalle proprietà del legante. Titolazioni complessometriche. I principali titolanti. Andamento del pM e della curva di titolazione. Gli indicatori. Applicazioni.

Introduzione all'elettrochimica: Reazioni di ossido-riduzione e bilanciamento. Determinazione del potenziale standard di una semireazione.

Elettrodo di riferimento. SHE. Elettrochimica: Calcolo dei potenziali elettrodi. Equazione di Nernst.

Equilibri di ossido-riduzione. Titolazioni redox. Titolazioni iodometriche: titolante, indicatore, preparazione della soluzione titolante e standardizzazione. Applicazioni. Titolazioni iodometriche: titolanti, indicatore e preparazione della soluzione titolante standardizzazione.

Applicazioni

Estrazione con solventi. Caratteristiche dei solventi per estrazioni. Scala di polarità. Estrazione in discontinuo con solventi inerti e solventi reattivi. L'imbutto separatore. Estrazione esauriente.

Estrazione in continuo con solventi: macerazione, digestione, percolazione, estrazione in contro corrente, estrazioni liquido-liquido. Estrazione mediante Soxhlet. Estrazione con fluidi supercritici. Estrazione in Fase Solida (SPE).

Cromatografia: la storia. Principi generali. Interazioni tra fase fissa, fase mobile e composti da separare. Impieghi e meccanismi di separazione applicabili. Caratteristiche generali e classificazione dei metodi cromatografici: adsorbimento, ripartizione, scambio ionico, esclusione, affinità. Aspetti qualitativi e quantitativi del cromatogramma: il picco cromatografico, tempo di ritenzione; tempo morto; fattore di capacità; fattore di selettività; piatto teorico, numero piatti teorici; efficienza e risoluzione. Descrizione degli strumenti e dei materiali per le diverse tecniche cromatografiche.

Estrazione in Fase Solida (SPE).

Cromatografia su strato sottile (TLC). Cromatografia su colonna classica, flash cromatografia.

Gas cromatografia (GC). Apparecchiatura e applicazioni. Cromatografia HPLC: principali vantaggi e limiti, fase mobile e fase stazionaria.

Impieghi e meccanismi di separazione applicabili. Apparecchiatura e applicazioni. Analisi quantitativa: metodo dello standard interno ed esterno.

Elettroforesi capillare: cenni, principio di separazione.

Spettrofotometria: generalità. UV, spettri di assorbimento, I_{max} , legge di Lambert-Beer. UV: Trasmittanza, Assorbanza. Modi di esprimere le costanti e loro correlazione. Spettrofotometro (schema dello strumento). Analisi qualitativa e quantitativa UV-visibile delle sostanze. Costruzione della retta di taratura. Applicazioni

Bibliografia e materiale didattico

- D.C. HARRIS: Chimica Analitica Quantitativa-Zanichelli
- Skoog-West-Holler: Fondamenti di Chimica Analitica-EDISES
- G.C. PORRETTA: Analisi quantitativa di composti farmaceutici-CISU

Materiale didattico a disposizione sul portale e-learning

Indicazioni per non frequentanti

Contattare il docente almeno un mese prima dalla data presunta dell'esame

Modalità d'esame

L'esame sarà una prova scritta della durata di due ore.

Lo scritto consiste di diversi quesiti suddivisi in tre gruppi:

- 15 domande (sia teoriche che brevi calcoli numerici) a risposta multipla: 1 punto a domanda, per un totale di 15 punti
- 2 esercizi aperti (con calcoli più articolati): 4 punti a esercizio per un totale di 8 punti
- 2 domande aperte (teoriche): 5 punti a domanda per un totale 10 punti

Il punteggio totale è di 33 che corrisponde a 30 e lode