

Sito didattico:

<http://puccini.chimica.uniba.it/~losito/indexChAnIINO.htm>

Indirizzo e-mail:

illosdid@hotmail.com

Orario settimanale:

Martedì 11-13; Mercoledì 11-13; Giovedì 15-17

Requisito per l'accesso al corso:

Superamento degli esami di Chimica Generale I e
Chimica Analitica I

Obblighi di frequenza:

Almeno l'80% di tutte le lezioni in aula
(numero massimo di assenze: 9)

100% delle esercitazioni di laboratorio

Chimica Analitica II

Corso di laurea triennale in Chimica

Obiettivo del corso

fornire una conoscenza dei principi fondamentali e della strumentazione relativi a tecniche analitiche strumentali di uso comune

Durata

48 ore (6 crediti)

Successione degli argomenti

- ◆ Generalità sul processo analitico e sui metodi analitici strumentali
- ◆ Separazioni cromatografiche: cromatografia gassosa (GC) e liquida (HPLC)
- ◆ Spettroscopia atomica:
emissione (fiamma, torcia a plasma, arco, scintilla)
assorbimento (fiamma, fornetto di grafite, vapori freddi)
- ◆ Spettrometria di massa (MS), con cenni preliminari sulla tecnologia del vuoto, e suoi accoppiamenti con tecniche cromatografiche: GC-MS e HPLC-MS
- ◆ Tecniche di Chimica Elettroanalitica (potenziometria, voltammetria)
- ◆ Tecniche estrattive speciali: MicroEstrazione in Fase Solida (SPME)

Esercitazioni di Chimica Analitica II

Corso di laurea triennale in Chimica

Obiettivi del corso

- ❖ fornire una conoscenza dei principi fondamentali e della strumentazione relativi a tecniche analitiche strumentali complementari a quelle trattate nel corso di Chimica Analitica II
- ❖ svolgere esercitazioni pratiche su alcune delle tecniche analitiche strumentali trattate nei due corsi
- ❖ fornire nozioni sull'interpretazione del dato analitico con un approccio statistico.

Organizzazione

- ✓ 24 ore (3 crediti) di lezioni in aula
- ✓ 15 ore (1 credito) di esercizi in aula sulla parte statistica, istruzioni sull'uso di software per l'elaborazione dei dati analitici, approfondimenti sui calcoli relativi alle relazioni di laboratorio
- ✓ 30 ore (2 crediti) di esercitazioni di laboratorio, articolate in una serie di sessioni (tempistiche soggette ad eventuali variazioni in relazione alla disponibilità del laboratorio)

Successione degli argomenti

- ❖ Spettroscopia molecolare basata sull'assorbimento della radiazione ultravioletta-visibile (aspetti strumentali e analitici)
- ❖ Spettroscopia molecolare di fluorescenza (aspetti strumentali e analitici)
- ❖ Cromatografia ionica
- ❖ Descrizione delle esercitazioni di laboratorio
- ❖ Trattamento statistico dei dati ottenuti dall'analisi
- ❖ Rapporto segnale/rumore in chimica analitica strumentale
- ❖ Trattamento del rumore in chimica analitica strumentale

Gli stadi del processo analitico

Fase	Responsabile	Esempio
Definizione generale del problema analitico	Committente	Dispersione di olio minerale in un terreno
Definizione specifica del problema e dell'obiettivo dell'analisi	Committente-analista	Profondità della contaminazione del suolo da parte dell'olio
Selezione della procedura analitica	Analista	Estrazione dal suolo, separazione e quantificazione dell'olio
Campionamento	Committente-analista	Prelievo di campioni di suolo di dimensioni rappresentative
Preparazione del campione	Analista	Omogeneizzazione ed estrazione con solvente
Misura	Analista	Gas-cromatografia su un'aliquota dell'estratto
Valutazione dei dati	Analista	Identificazione e quantificazione delle specie presenti nell'olio
Rapporto finale	Analista al committente	Relazione fra la quantità di olio per unità di massa del suolo e i limiti di legge

Alcuni dettagli sugli stadi del processo analitico

- **Definizione specifica del problema e obiettivo della misura**

natura del campione, quantità di materiale disponibile, eventuale necessità di preservare il campione, informazione su uno o su più componenti, tipo di dato necessario (qualitativo/quantitativo, elementare/molecolare), tempo concesso per l'analisi, costo

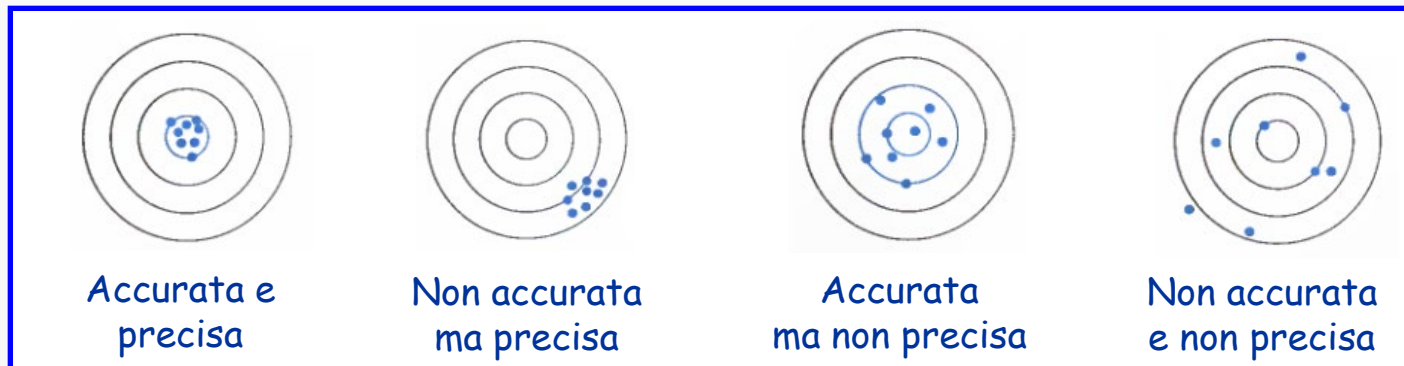
- **Campionamento e preparazione del campione**

1. introduzione diretta
2. condensazione o estrazione da fase gas
3. condensazione gas-solido
4. evaporazione
5. introduzione diretta/estrazione liquido-liquido
6. precipitazione, solidificazione
7. sublimazione
8. dissoluzione

Aspetti della misura \Rightarrow caratteristiche del metodo analitico

Accuratezza: accordo fra la media dei valori forniti dal metodo e il valore "vero"

Precisione: dispersione dei valori misurati rispetto al valore medio



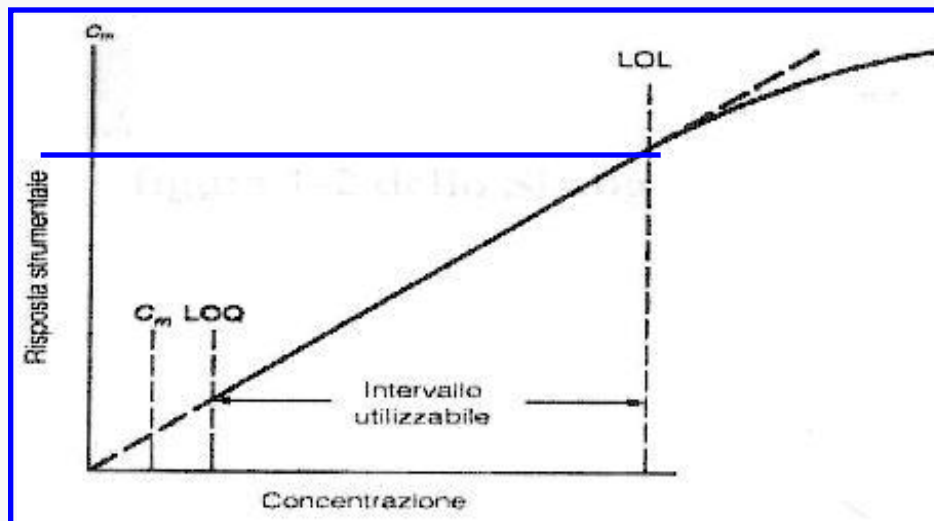
Sensibilità: variazione del segnale usato per la quantificazione al variare della concentrazione dell'analita

Selettività: parametro che indica quanto il metodo di analisi è influenzato dalla presenza di altri analiti, accanto a quello d'interesse, nella matrice da analizzare

Limite di rivelabilità (LOD): concentrazione minima di analita in corrispondenza della quale il metodo fornisce un segnale distinguibile da quello ottenuto effettuando la misura in assenza di analita ma affetto da imprecisione troppo elevata ($> 10\%$) per essere utilizzato a scopo quantitativo

Limite di quantificazione (LOQ): concentrazione minima di analita in corrispondenza della quale il segnale ottenuto dal metodo ha un'imprecisione accettabile (poche unità percentuali)

Limite di risposta lineare (LOL): concentrazione oltre la quale il segnale fornito dal metodo di analisi non varia più linearmente con la concentrazione



Natura dei segnali/dati utilizzati nei principali metodi di analisi

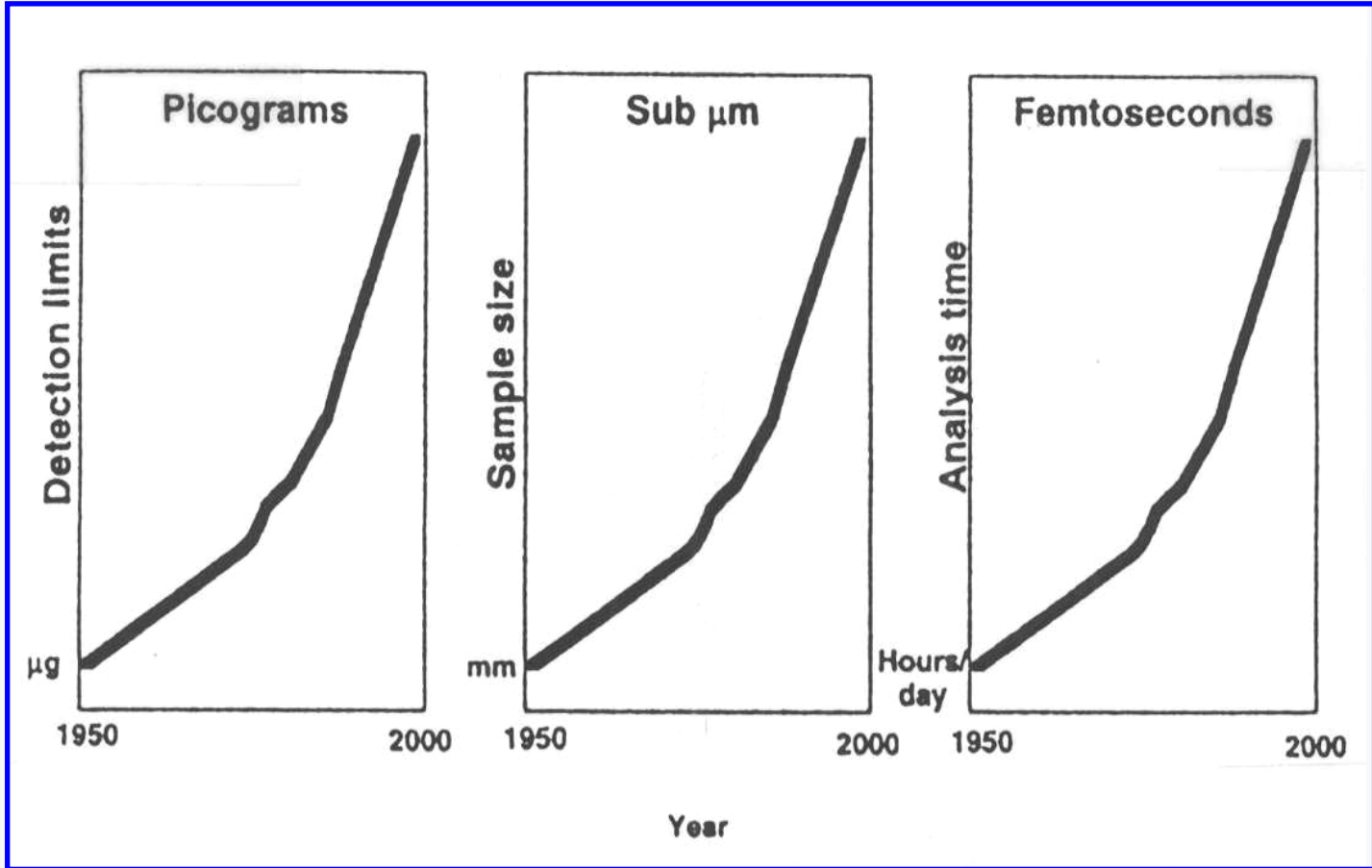
Segnale/dato	Metodo
Volume	Volumetria (titolazioni)
Massa	Gravimetria
Emissione di radiazione	Spettroscopia di emissione (di radiazione X, UV, visibile, di fotoelettroni); Spettroscopie di fluorescenza e fosforescenza
Assorbimento di radiazione	(Spettro)fotometria (raggi X, UV, visibile, IR); spettroscopia di risonanza magnetica nucleare (NMR)
Diffrazione di radiazione	Diffrazione di raggi X e di elettroni
Rapporto massa/carica	Spettrometria di massa (MS)
Grandezze elettriche	Potenziometria (potenziale), coulombometria (carica), polarografia/voltammetria/amperometria (corrente), conduttimetria (conducibilità)

Confronto fra i principali metodi analitici

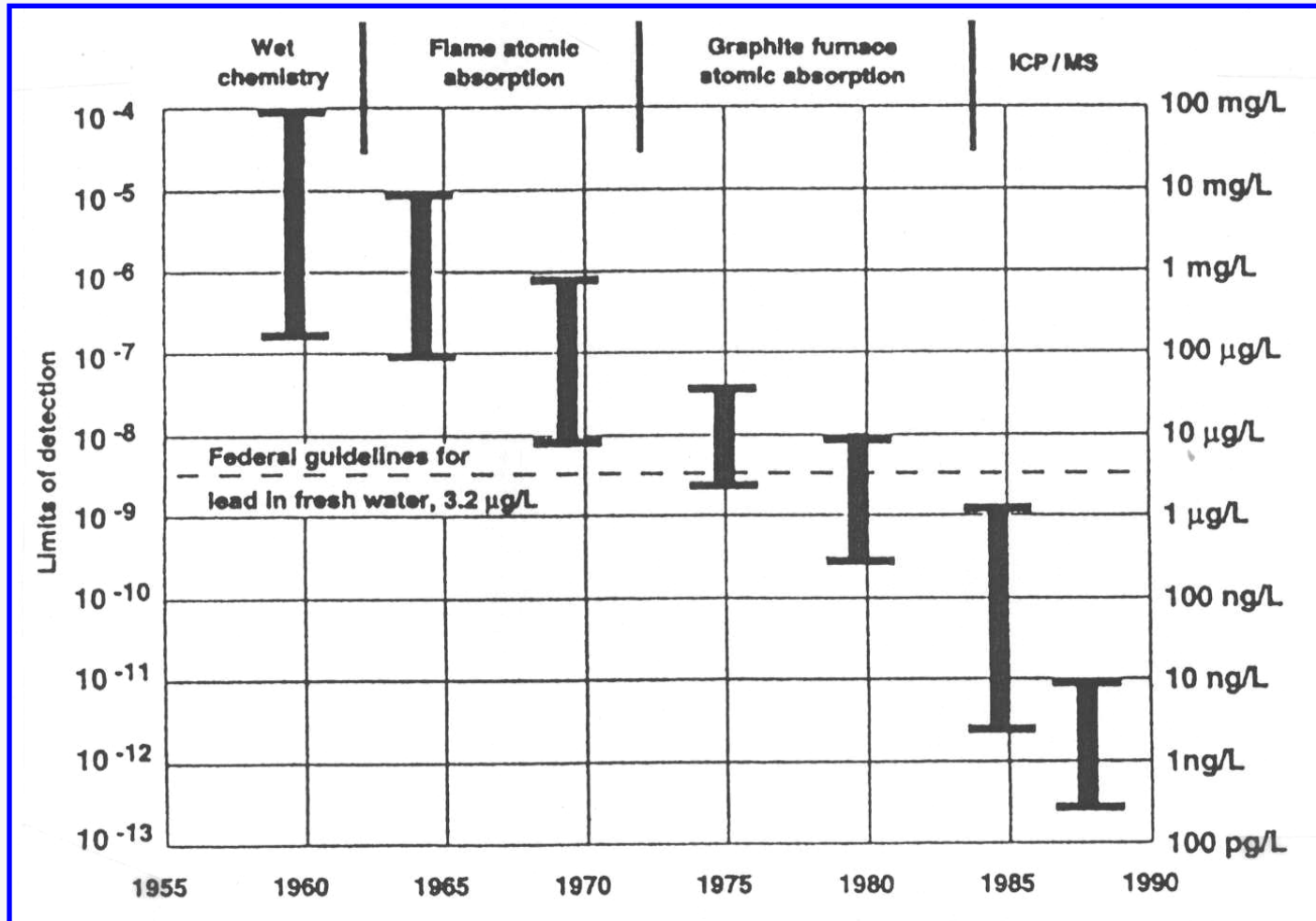
Metodi	Sensibilità (moli/L)	Precisione (%)	Costo
Gravimetria	$10^{-1} - 10^{-2}$	0.1	basso
Volumetria	$10^{-1} - 10^{-4}$	0.1 - 1	basso
Potenziometria	$10^{-1} - 10^{-6}$	2	basso-medio
Elettrogravimetria	$10^{-1} - 10^{-4}$	0.01 - 2	medio
Voltammetria	$10^{-3} - 10^{-10}$	2 - 5	medio
Spettr. molecolare UV-visibile	$10^{-3} - 10^{-6}$	2	medio
Spettr. di fluorescenza	$10^{-6} - 10^{-10}$	2 - 5	medio
Spettroscopia atomica	$10^{-3} - 10^{-9}$	2 - 10	medio-alto
Spettrometria di massa	$10^{-3} - 10^{-10}$	2 - 5	alto
Cromatografia	$10^{-3} - 10^{-10}$	1 - 10	medio-alto

Legenda costi - basso: $< 10^3$ euro , medio: 10^3-10^5 euro, alto: $> 10^5$ euro

Evoluzione dei metodi di analisi nel tempo in termini di massa e dimensione del campione e tempi di analisi



Un esempio dell'evoluzione temporale dei metodi analitici:
sensibilità dell'analisi del piombo nell'acqua potabile



Rappresentazione mediante infografica dell'evoluzione dei limiti di rivelabilità

