

Sito didattico:

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

Classe Teams (per eventuali lezioni in remoto)

Codice di accesso 4g4voys

Indirizzo e-mail:

[illosdid@hotmail.com](mailto:illosdid@hotmail.com)

Orario settimanale:

Lunedì 15-17; Martedì 15-17; Mercoledì 11-13 – Aula 5

Requisito per l'accesso al corso:

Superamento degli esami di Chimica Generale I e  
Chimica Analitica I

da attestare inviando al docente una schermata della pagina di  
Esse3

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
- ◆ Principali 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

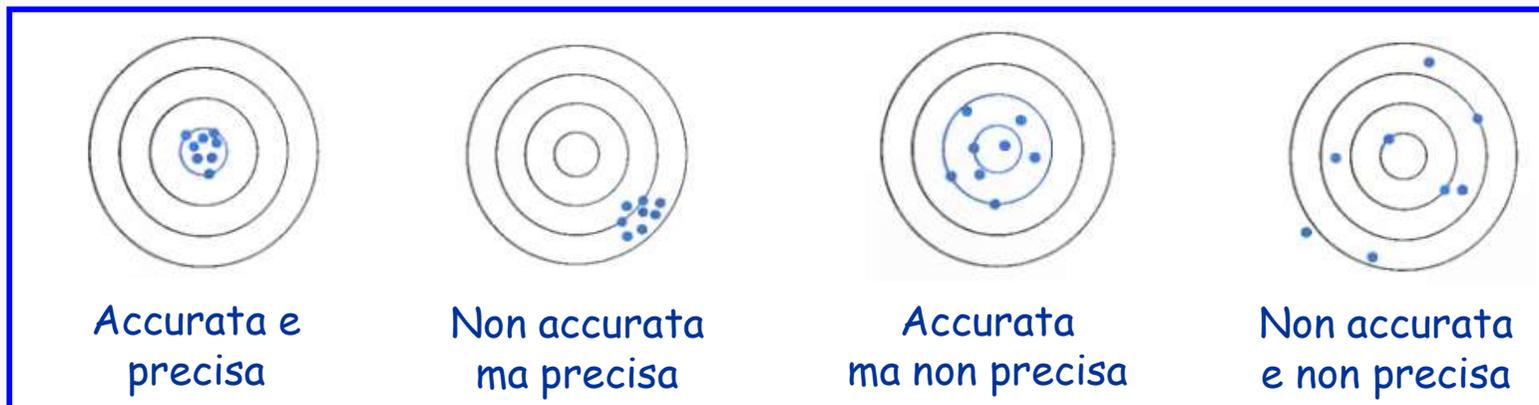
- **Campionamento e preparazione del campione**

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



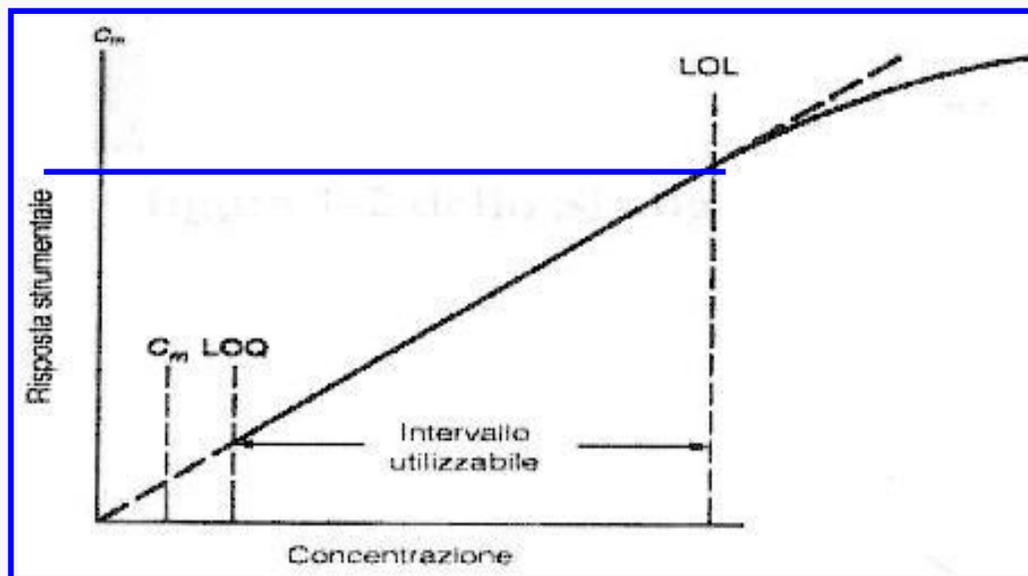
**Sensibilità:** variazione del segnale usato per la quantificazione al variare della concentrazione dell'analita

**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

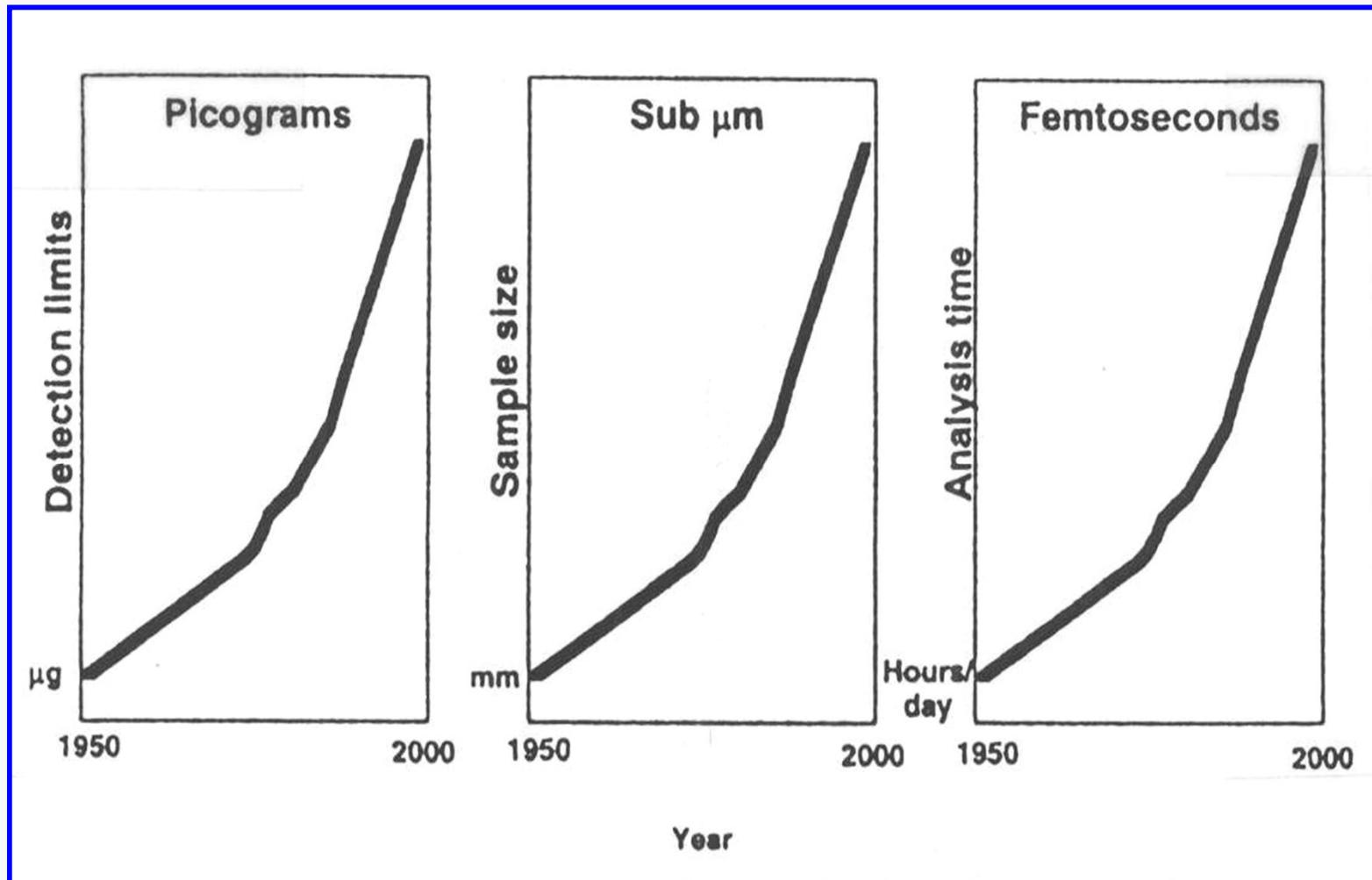
Segnale/dato	Metodo
Volume	Volumetria (titolazioni)
Massa	Gravimetria
Emissione di radiazione	Spettroscopia di emissione (di radiazione X, UV, visibile, di fotoelettroni); Spettroscopie di fluorescenza e fosforescenza
Assorbimento di radiazione	(Spettro)fotometria (raggi X, UV, visibile, IR); spettroscopia 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

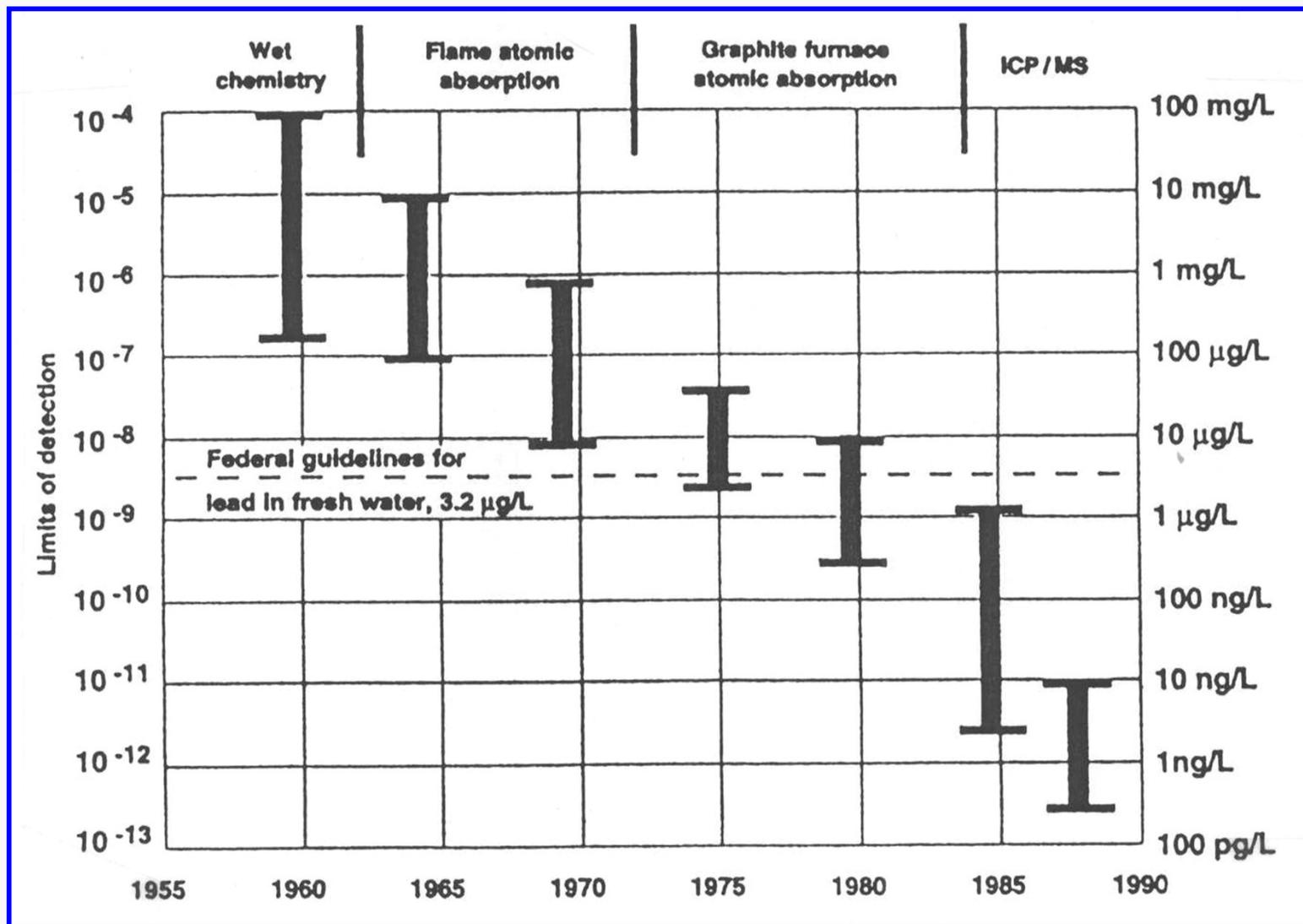
Metodi	Sensibilità (moli/L)	Precisione (%)	Costo
Gravimetria	$10^{-1} - 10^{-2}$	0.1	basso
Volumetria	$10^{-1} - 10^{-4}$	0.1 - 1	basso
Potenziometria	$10^{-1} - 10^{-6}$	2	basso-medio
Elettrogravimetria	$10^{-1} - 10^{-4}$	0.01 - 2	medio
Voltammetria	$10^{-3} - 10^{-10}$	2 - 5	medio
Spettr. molecolare 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



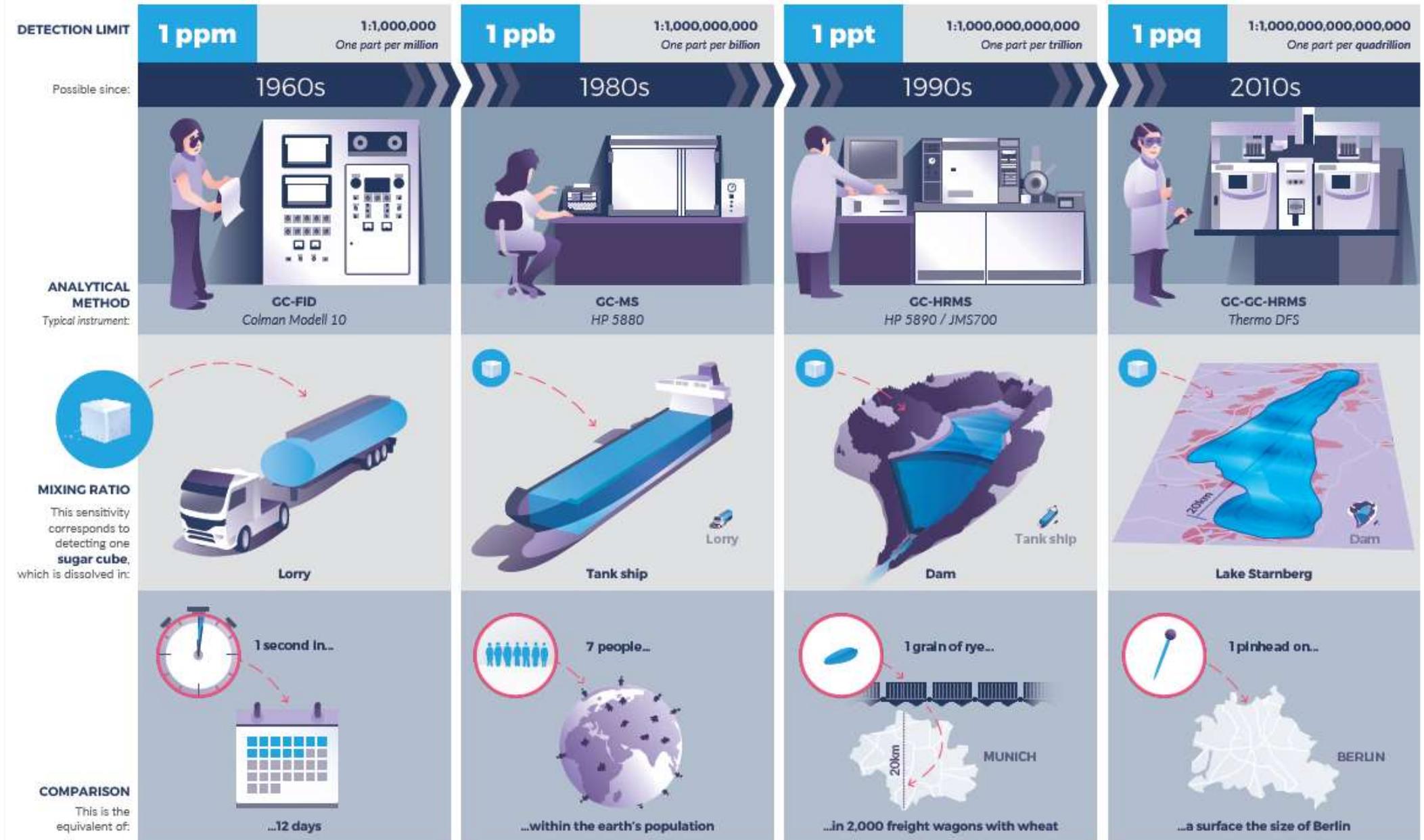
# Rappresentazione mediante infografica dell'evoluzione dei limiti di rivelabilità

1  $\mu\text{g/g} \cong 1 \mu\text{g/mL}$

1  $\text{ng/g} \cong 1 \text{ng/mL}$

1  $\text{pg/g} \cong 1 \text{pg/mL}^*$

1  $\text{fg/g} \cong 1 \text{fg/mL}^*$



\* 1  $\text{pg} = 10^{-12} \text{g}$ ; 1  $\text{fg} = 10^{-15} \text{g}$

