

**CORSO DI STUDIO: CHIMICA (LAUREA TRIENNALE)**

**ANNO ACCADEMICO: 2023-2024**

**DENOMINAZIONE DELL'INSEGNAMENTO:**

**CHIMICA ANALITICA II /ANALYTICAL CHEMISTRY II**

**(insegnamento integrato con quello di LABORATORIO DI CHIMICA ANALITICA II, per un totale di 12 CFU / course integrated with ANALYTICAL CHEMISTRY LABORATORY II, for a total of 12 CFU)**

<b>Principali informazioni sull'insegnamento</b>	
Anno di corso	2023/2024
Periodo di erogazione	Quinto semestre (Ottobre 2023 - Gennaio 2024)
Crediti formativi universitari (CFU/ETCS):	6
SSD	Chimica Analitica – CHIM01
Lingua di erogazione	Italiano
Modalità di frequenza	Obbligatoria per almeno l'80% delle lezioni

<b>Docente</b>	
Nome e cognome	Ilario Losito
Indirizzo mail	ilario.losito@uniba.it
Telefono	080-5442506
Sede	Dipartimento di Chimica, stanza n. 11
Sede virtuale	Classe Teams con codice a4q5nck
Ricevimento	Nella classe Teams su indicata, previa prenotazione via e-mail

<b>Organizzazione della didattica</b>			
<b>Ore</b>			
Totali	Didattica frontale	Pratica (laboratorio, campo, esercitazione, altro)	Studio individuale
150	48	0	102
<b>CFU/ETCS</b>			
6	6	0	

<b>Obiettivi formativi</b>	Conoscenza dei principi, delle apparecchiature e delle procedure impiegate nelle analisi chimiche di tipo strumentale
<b>Prerequisiti</b>	Conoscenza della Chimica Generale, della Chimica Analitica volumetrica e della Fisica (soprattutto per quanto attiene l'ottica e l'elettromagnetismo)

<p><b>Metodi didattici</b></p>	<p>Lezioni frontali mediante presentazioni con software PowerPoint, integrate da approfondimenti su lavagna tradizionale o via software.</p>
<p><b>Risultati di apprendimento previsti</b></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <b>Descrittore di Dublino 1:</b> conoscenza e capacità di comprensione;             <ul style="list-style-type: none"> <li>o Principi delle più diffuse tecniche analitiche strumentali</li> <li>o Caratteristiche delle principali strumentazioni impiegate per l'analisi chimica</li> <li>o Principali metodologie analitiche</li> </ul> </li>   <li>- <b>Descrittore di Dublino 2:</b> capacità di applicare conoscenza e comprensione;             <ul style="list-style-type: none"> <li>o Conoscenza delle principali applicazioni delle tecniche analitiche strumentali</li> <li>o Capacità di confronto fra tecniche diverse</li> </ul> </li>   <li>- <b>Descrittore di Dublino 3:</b> capacità critiche e di giudizio             <ul style="list-style-type: none"> <li>o Scelta del metodo più adeguato per una specifica analisi strumentale</li> </ul> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Autonomia di giudizio                 <ul style="list-style-type: none"> <li>o Formulare correttamente un problema analitico</li> <li>o Proporre una o più soluzioni al problema in base alle tecniche analitiche strumentali studiate</li> </ul> </li> </ul> </li>   <li>- <b>Descrittore di Dublino 4:</b> capacità di comunicare quanto si è appreso.             <ul style="list-style-type: none"> <li>• Abilità comunicative                 <p>Al termine dell'insegnamento lo/la studente/studentessa dovrà essere in grado di</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Esporre le proprie conoscenze sulle tecniche analitiche strumentali in modo chiaro ed ordinato, con linguaggio scientifico appropriato e con rigore di argomentazioni</li> </ul> </li> </ul> </li>   <li>- <b>Descrittore di Dublino 5:</b> capacità di proseguire lo studio in modo autonomo nel corso della vita             <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacità di apprendere in modo autonomo                 <p>Al termine dell'insegnamento lo/la studente/studentessa dovrà essere in grado di comprendere, almeno in termini schematici, le principali caratteristiche delle strumentazioni d'impiego in chimica analitica, leggendo le relative schede informative, e i metodi analitici descritti nella relativa letteratura scientifica.</p> </li> </ul> </li> </ul>

<p><b>Contenuti di insegnamento (Programma)</b></p>	<p>Tecniche cromatografiche</p> <p>Cromatografia. Classificazioni dei metodi cromatografici. Parametri fondamentali associati ai metodi cromatografici. Altezza equivalente di piatto teorico: equazione di Van Deemter. Selettività e risoluzione di una separazione cromatografica. Gas-cromatografia (GC). Parametri specifici per la gas-cromatografia. Strumentazione: misuratori di flusso, iniettori convenzionali e split-splitless, controllo della temperatura. Rivelatori in gas-cromatografia: caratteristiche generali. Rivelatori a conducibilità termica (TCD), a ionizzazione in fiamma convenzionale (FID) e termoionico (NPD), a cattura di elettroni (ECD), a fotoionizzazione (PID), a fotometria in fiamma (FPD). Confronto fra i diversi rivelatori GC. Colonne e fasi stazionarie per GC. Cromatografia liquida ad alta pressione (HPLC). Classificazione delle tecniche HPLC. Strumentazione: pompe, smorzatori di impulsi, iniettori. Rivelatori per HPLC: ad indice di rifrazione, ad assorbimento UV-visibile, a serie di diodi (DAD), a fluorescenza. Confronto fra i diversi rivelatori HPLC. Colonne e fasi stazionarie per HPLC. Cromatografia di ripartizione in fase diretta e inversa. Eluizione a gradiente. Tecniche di separazione con soppressione ionica e a coppia ionica. Cromatografia di adsorbimento, a scambio ionico e ad esclusione dimensionale. Sviluppo di metodi cromatografici HPLC con rivelazione UV: effetto della composizione di fase mobile, della temperatura, del diametro delle particelle dell'impaccamento. Variazione dei gradienti di eluizione in relazione al diametro interno e alla lunghezza della colonna. Confronto fra eluizione isocratica e a gradiente. Considerazioni sul volume di iniezione e sul pH del campione.</p> <p>Spettrometria di massa: aspetti generali ed applicazione per la rivelazione in cromatografia gassosa e liquida</p> <p>Spettrometria di massa (MS): concetti generali. Descrizione delle componenti di uno spettrometro di massa: sistemi da vuoto; dispositivi per l'introduzione del campione; rivelatori di ioni: moltiplicatori di elettroni, coppa di Faraday. Sorgenti di ioni in spettrometria di massa: a ionizzazione elettronica (EI), a ionizzazione chimica (CI) e di campo (FI), a desorbimento di campo (FD). Analizzatori di massa: potere risolvete. Analizzatori di massa a settore magnetico, a doppia focalizzazione, a tempo di volo, a quadrupolo. Cenni sugli analizzatori di massa tandem basati su analizzatori a triplo quadrupolo o a trappola ionica tridimensionale.</p> <p>Accoppiamento fra tecniche cromatografiche e spettrometria di massa: considerazioni di carattere generale. Accoppiamento GC-MS con interfacce e diretto. Modalità di analisi tipiche in GC-MS: total ion current (TIC), selective ion monitoring (SIM). Accoppiamento HPLC-MS: interfacce particle beam (PB), a ionizzazione elettrospray (ESI), a ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI). Confronto fra le tecniche ESI e APCI e fra tecniche GC-MS e HPLC-MS. Modalità di analisi in HPLC-MS con spettrometri di massa tandem o a trappola ionica: MS/MS-TIC, Selective Reaction Monitoring (SRM), Consecutive Reaction Monitoring (CRM).</p> <p>Micro-estrazione in fase solida</p> <p>Panoramica sui metodi di estrazione usati in chimica analitica. Microestrazione in fase solida (SPME): principi fondamentali. Impiego di una fibra SPME come campionatore passivo. Sviluppo e ottimizzazione di un metodo SPME. Accoppiamenti SPME-GC e SPME-HPLC. Applicazioni dell'SPME.</p>
---	---

	<p>Spettroscopia atomica</p> <p>Spettroscopia atomica: generalità. Spettroscopia atomica di emissione. Emissione in fiamma: strumentazione. Effetto della ionizzazione e dell'autoassorbimento sull'emissione in fiamma. Interferenze. Emissione in plasma a corrente continua (DCP). Emissione in plasma induttivamente accoppiato (ICP). Emissione in un arco elettrico o una scintilla. Confronto fra le tecniche di emissione atomica. Interfacciamento fra plasma induttivamente accoppiato e spettrometria di massa (ICP-MS): strumentazione e applicazioni. Spettroscopia atomica di assorbimento. Parametri che influenzano la larghezza di una riga atomica. Lampade a catodo cavo convenzionali (HCL) e ad alta intensità (boosted HCL). Lampade a scarica senza elettrodi (EDL). Spettroscopie di assorbimento atomico con atomizzazione in fiamma, elettrotermica, con generazione di idruri e su vapori freddi: caratteristiche specifiche e confronto fra i limiti di rivelabilità. Correzione delle interferenze spettrali: metodi di Willis/Slavin, di Hieftje (autoinversione della sorgente), con lampada a deuterio e correzione basata sull'effetto Zeeman.</p> <p>Chimica Elettroanalitica</p> <p>Chimica Elettroanalitica: generalità. Potenziometria: concetti di base, elettrodi di riferimento ed indicatori, elettrodi a vetro per la misura del pH o sensibili ad altri cationi, elettrodi ionoselettivi a membrana cristallina, elettrodi a membrana liquida, transistor ad effetto di campo ionoselettivi (ISFET), sonde potenziometriche sensibili a gas, misurazione dei potenziali di cella, calibrazione di un elettrodo ionoselettivo, titolazioni potenziometriche. Voltammetria: concetti generali, polarizzazione di concentrazione, polarografia classica, a campionamento di corrente, pulsata normale e differenziale, voltammetria a scansione lineare, ciclica e di stripping, titolazioni amperometriche. Rivelatori elettrochimici per HPLC.</p>
<b>Testi di riferimento</b>	Skoog, Holler, Crouch, <i>Chimica Analitica Strumentale</i> , EdiSES, Napoli, 2009 Kellner, Mermet, Otto, Widmer, <i>Chimica Analitica</i> , EdiSES, Napoli, 2003 Harris, <i>Chimica Analitica Quantitativa</i> , Zanichelli, Bologna, 2017 Lundanes, Reubsaet, Greibrokk, <i>Cromatografia</i> , Piccin, Padova, 2022 Robinson, Skelly Frame, Frame II, <i>Chimica Analitica Strumentale. Un'introduzione</i> , Piccin, Padova, 2023
<b>Note ai testi di riferimento</b>	Il docente chiarisce a lezione quali parti dei testi suddetti possono fungere da supporto nello studio degli argomenti del corso.
<b>Materiali didattici</b>	Il materiale didattico usato a lezione è disponibile per il download, in forma di file PDF, da apposito sito web, comunicato agli studenti all'inizio del corso.

<b>Valutazione</b>	
Modalità di verifica dell'apprendimento	Prova orale con una domanda per ciascuna macroarea del programma di insegnamento

<p>Criteri di valutazione</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Conoscenza e capacità di comprensione:</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Conoscenza completa e ordinata dell'argomento inerente la domanda posta dal docente su ciascuna macro-area del programma</li> </ul> </li> <li>• <i>Conoscenza e capacità di comprensione applicate:</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Risposta a domande di natura applicativa indotte dall'esposizione iniziale dell'argomento</li> </ul> </li> <li>• <i>Autonomia di giudizio:</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Capacità di confrontare autonomamente diverse tecniche analitiche in termini di pro e contro</li> </ul> </li> <li>• <i>Abilità comunicative:</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Esposizione in modo ordinato e consequenziale dell'argomento oggetto di domanda</li> </ul> </li> <li>• <i>Capacità di apprendere:</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Descrizione, almeno in forma schematica, delle strumentazioni oggetto dell'insegnamento; enunciazione e discussione delle principali equazioni relative alle tecniche oggetto dell'insegnamento.</li> </ul> </li> </ul>
<p>Criteri di misurazione dell'apprendimento e di attribuzione del voto finale</p>	<p>Il voto finale, espresso in trentesimi e successivamente mediato, in forma pesata sulla base dei rispettivi crediti, con quello dell'insegnamento integrato di Laboratorio di Chimica Analitica II, si baserà sulla valutazione della qualità delle risposte fornite alle domande sulle diverse macroaree del programma, tutte aventi lo stesso peso nella valutazione. La lode viene assegnata quando le risposte a tutte le domande risultano ineccepibili.</p>
<p><b>Altro</b></p>	

**COURSE OF STUDY: CHEMISTRY (3-YEARS DEGREE)**
**ACADEMIC YEAR: 2023/2024**
**ACADEMIC SUBJECT: ANALYTICAL CHEMISTRY II**

General information	
Year of the course	2023/2024
Academic calendar (starting and ending date)	Fifth semester (October 2023 – January 2024)
Credits (CFU/ETCS):	6
SSD	Analytical Chemistry – CHIM01
Language	Italian
Mode of attendance	Mandatory (for at least 80% of lessons)

Professor/ Lecturer	
Name and Surname	Ilario Losito
E-mail	ilario.losito@uniba.it (illosdid@hotmail.com)
Telephone	080-5442506
Department and address	Chemistry, office n. 11
Virtual room	Teams class, code a4q5nck
Office Hours	In the above-mentioned Teams class, via e-mail booking

Work schedule			
Hours			
Total	Lectures	Hands-on (laboratory, workshops, working groups, seminars, field trips)	Out-of-class study hours/ Self-study hours
150	48	0	102
CFU/ETCS			
6	6	0	

<b>Learning Objectives</b>	Knowledge of principles, instrumentations and procedures employed in instrumental chemical analyses
<b>Course prerequisites</b>	Knowledge of General Chemistry, volumetric Analytical Chemistry and Physics (especially optics and electromagnetism)

<b>Teaching strategies</b>	Frontal lessons based on PowerPoint presentations, integrated by in-depth analyses on traditional blackboard or by software.
<b>Expected learning outcomes in terms of</b>	
<b>Knowledge and understanding on:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Principles of the most used instrumental analytical techniques</li> <li>○ Characteristics of main instrumentations employed for chemical analysis</li> <li>○ Main instrumental analytical methodologies</li> </ul>
<b>Applying knowledge and understanding on:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Knowledge of the main applications of instrumental analytical techniques</li> <li>○ Comparison between different techniques</li> <li>○ Choice of the most suitable method for a specific instrumental analysis</li> </ul>
<b>Soft skills</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Making informed judgments and choices</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Set up an analytical problem correctly</li> </ul> </li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Propose one or more solutions to the problem, based on the studied instrumental analytical techniques</li><li>• <i>Communicating knowledge and understanding</i><ul style="list-style-type: none"><li>○ Express knowledges on instrumental analytical techniques in a clear and ordered manner, with appropriate scientific language and with rigor of argumentation</li></ul></li><li>• <i>Capacities to continue learning</i><ul style="list-style-type: none"><li>○ Be able to understand, at least in schematic terms, the main characteristics of instrumentations employed in analytical chemistry.</li></ul></li></ul>
--	---



<b>Syllabus</b>	
<b>Content knowledge</b>	<p>Chromatographic techniques</p> <p>Chromatography. Classification of chromatographic methods: Fundamental parameters related to chromatographic methods. Hight equivalent for theoretical plate: Van Demter equation. Selectivity and resolution of a chromatographic separation.</p> <p>Gas-chromatography (GC). Specific parameters for gas-chromatography. Instrumentation: flow sensors, conventional and split/splitless injectors, temperature control. Detectors: thermal conductivity (TCD), conventional (FID) and thermoionic (NPD) flame ionization, electron capture (ECD), photoionization (PID), flame photometry (FPD). Comparison between different GC detectors. Columns and stationary phases for GC.</p> <p>High pressure liquid chromatography (HPLC). Classification of HPLC techniques. Instrumentation: pumps, pulse dampeners, injectors. Detectors for HPLC: refractive index, UV-Visible radiation absorption, diode-array (DAD), fluorescence. Comparison between different HPLC detectors. Columns and stationary phases for HPLC. Direct and reversed-phase partition chromatography. Gradient elution. Ionic suppression and ion couple separation techniques. Absorption, ionic exchange and size exclusion chromatography.</p> <p>Development of HPLC chromatographic methods with UV absorption detection: effect of mobile phase composition, temperature, packing particles diameter. Variations of elution gradient depending on the internal diameter and length of the column. Comparison between isocratic and gradient elution. Considerations on injection volume and sample pH.</p> <p>Mass spectrometry: general aspects and application to detection in gas- and liquid chromatography</p> <p>Mass spectrometry (MS): general concepts. Description of the components of a mass spectrometer: vacuum systems; devices for sample introduction; ion detectors: electron multipliers, Faraday cup. Ion sources in mass spectrometry: electron ionization (EI), chemical ionization (CI), field (FI) and field desorption (FD) ionizations. Mass analysers: resolving power. Magnetic sector, double focusing, time of flight and quadrupole mass analysers. Hints on tandem mass analysers based on a triple quadrupole or on a tridimensional ion trap.</p> <p>Coupling between chromatographic techniques and mass spectrometry: general considerations. GC-MS coupling by an interface or direct. Analysis modes typical of GC-MS: total ion current (TIC), selective ion monitoring (SIM). HPLC-MS coupling: particle beam (PB), electrospray (ESI) and atmospheric pressure chemical ionization (APCI) interfaces. Comparison between ESI and APCI and between GC-MS and HPLC-MS techniques. Analysis modes in HPLC-MS based on tandem or ion trap mass spectrometers: MS/MS-TIC, Selective Reaction Monitoring (SRM), Consecutive Reaction Monitoring (CRM).</p> <p>Solid phase microextraction</p> <p>Overview of extraction methods employed in analytical chemistry. Solid phase microextraction (SPME): fundamental principle. Use of a SPME fiber as passive sampler. Development and optimization of a SPME method. SPME-GC and SPME-HPLC couplings. SPME applications.</p> <p>Atomic spectroscopy</p> <p>Atomic spectroscopy: general concepts. Atomic emission spectroscopy. Flame emission: instrumentation. Effect of ionization and self-absorption in flame emission. Interferences. Direct current plasma (DCP) emission. Inductively coupled plasma (ICP) emission. Electric arc or spark emission. Comparison between emission</p>

	<p>atomic techniques.</p> <p>Atomic absorption spectroscopy. Parameters influencing the width of an atomic line. Conventional and high intensity (boosted) hollow cathode lamps (HCL). Electrodeless discharge lamps (EDL). Atomic absorption spectroscopies with flame and electrothermal atomization, hydride generation or cold vapors: specific characteristics and comparison between detection limits. Correction of spectral interferences: methods of Willis/Slavin, Hieftje (source auto-inversion), with deuterium lamp and correction based on Zeeman effect.</p> <p>Electroanalytical Chemistry</p> <p>Electroanalytical chemistry: general concepts.</p> <p>Potentiometry: base concepts, reference and indicator electrodes, glass electrodes for pH measurement or sensitive to other cations, crystalline membrane ionselective electrodes, liquid membrane electrodes, ionselective field effect transistors (ISFET), gas sensitive potentiometric probes, cell potential measurement, calibration of a ionselective electrode, potentiometric titrations.</p> <p>Voltammetry: general concepts, concentration polarization, classic, fast, normal and differential pulsed polarographies, linear scan, cyclic and stripping voltammetry, amperometric titrations. Electrochemical detectors for HPLC.</p>
<b>Texts and readings</b>	<p>Skoog, Holler, Crouch, <i>Chimica Analitica Strumentale</i>, EdiSES, Napoli, 2009</p> <p>Kellner, Mermet, Otto, Widmer, <i>Chimica Analitica</i>, EdiSES, Napoli, 2003</p> <p>Harris, <i>Chimica Analitica Quantitativa</i>, Zanichelli, Bologna, 2017</p> <p>Lundanes, Reubsaet, Greibrokk, <i>Cromatografia</i>, Piccin, Padova, 2022</p> <p>Robinson, Skelly Frame, Frame II, <i>Chimica Analitica Strumentale. Un'introduzione</i>, Piccin, Padova, 2023</p>
<b>Notes, additional materials</b>	<p>During classes the teacher clarifies which parts of the above mentioned books can be a support for studying the course topics.</p>
<b>Repository</b>	<p>The website from which didactic materials can be downloaded, as PDF files, will be indicated to students at the beginning of the course</p>

<b>Assessment</b>	
Assessment methods	Oral exam, with a question for each macro-area of the course program
Assessment criteria	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Knowledge and understanding</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Complete and ordered knowledge of the topic concerning the question posed by the teacher on each macro-area of the course program</li> </ul> </li> <li>• <i>Applying knowledge and understanding</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Answer to questions on applicative aspects arising from the initial presentation of a topic</li> </ul> </li> <li>• <i>Autonomy of judgment</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Ability to compare independently different analytical techniques in terms of pros and cons</li> </ul> </li> <li>• <i>Communicating knowledge and understanding</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Express the topic object of a question in an ordered and consequential way</li> </ul> </li> <li>• <i>Capacities to continue learning</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Description, at least in a schematic form, of instrumentations described during the course; enunciation and discussion of the main equations referred to the techniques object of the course</li> </ul> </li> </ul>
Final exam and grading criteria	<p>The final mark, expressed in thirtieths and subsequently averaged, according to a weight depending on the respective credits, with the one of the integrated course Laboratory of Analytical Chemistry II, will be based on the evaluation of quality of answers given to questions on different macro-areas of the program, all having the same weight in the evaluation. Honors are assigned when the answers to all questions are irreproachable.</p>
<b>Further information</b>	