

PARTE A CURA DELLA U.O. DIDATTICA E SERVIZI AGLI STUDENTI

Principali informazioni sull'insegnamento	
Denominazione insegnamento	Chimica Analitica II
Corso di studio	Chimica
Classe di laurea	L-27
Crediti formativi (CFU)	6
Obbligo di frequenza	Si
Lingua di erogazione	italiano
Anno Accademico	2018/2019

Docente responsabile	
Nome e Cognome	Ilario Losito
indirizzo mail	ilario.losito@uniba.it
telefono	080-5442506

Dettaglio insegnamento	Ambito disciplinare	SSD	tipologia attività
	Area chimica	CHIM/01	Attività formative in uno o più ambiti disciplinari caratterizzanti la classe

Erogazione insegnamento	Anno di corso	Semestre
	III	I

Modalità erogazione	CFU lez	Ore lez	CFU lab	Ore lab	CFU eserc	Ore eserc	CFU eserc campo	Ore eserc campo
	6	48	0	0	0	0	0	0

Organizzazione della didattica	ore totali	ore insegnamento	ore studio individuale
	150	48	102

Calendario	Inizio attività didattiche	Fine attività didattiche

PARTE A CURA DEL DOCENTE

Syllabus	
Prerequisiti	Conoscenza della Chimica Generale, della Chimica Analitica volumetrica e della Fisica (soprattutto per quanto attiene l'elettromagnetismo)
<b>Risultati di apprendimento attesi</b> (declinare rispetto ai Descrittori di Dublino) (si raccomanda che siano coerenti con i risultati di apprendimento del CdS, riportati nei quadri A4a, A4b e A4c della SUA, compreso i risultati di apprendimento trasversali)	
Conoscenza e capacità di comprensione	Conoscenza dei principi e delle procedure usate nelle analisi e nella caratterizzazione dei composti chimici basate su tecniche di tipo strumentale
Capacità di applicare conoscenza e comprensione	Utilizzare le tecniche e metodologie analitiche più comuni ed essere in grado di giustificare la scelta della tecnica ritenuta più appropriata per perseguire un determinato obiettivo
Autonomia di giudizio	Formulare un problema analitico e proporre idee e soluzioni
Abilità comunicative	Esporre le proprie conoscenze sulle tecniche analitiche strumentali in modo chiaro ed

	ordinato, con linguaggio scientifico appropriato e con rigore di argomentazioni
Capacità di apprendimento	Conoscere in modo chiaro le diverse tecniche analitiche studiate, in termini di potenzialità, costi, applicabilità, riuscendo anche a confrontarle in modo critico.

Programma	
Contenuti dell'insegnamento	<p>Tecniche cromatografiche</p> <p>Cromatografia. Classificazioni dei metodi cromatografici. Parametri fondamentali associati ai metodi cromatografici. Altezza di piatto teorico: equazione di Van Deemter. Selettività e risoluzione di una separazione cromatografica.</p> <p>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. Confronto fra i diversi rivelatori GC. Colonne e fasi stazionarie per GC.</p> <p>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.</p> <p>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>La spettrometria di massa come rivelatore 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: ad impatto elettronico (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>Tecniche separative speciali</p> <p>Elettroforesi: principi generali. Cenni alle tecniche elettroforetiche su gel. Elettroforesi capillare (CE): principi ed equazioni fondamentali, flusso elettrosmotico, efficienza e risoluzione. Effetto Joule. Scelta del pH, del tampone e degli additivi in CE. Tecniche di CE: CE zonale e su gel, cromatografia elettrocinetica micellare, elettrocromatografia. Metodi di iniezione. Rivelatori per elettroforesi capillare: assorbimento della radiazione UV-Vis, fluorescenza indotta da laser, spettrometria di massa a ionizzazione elettrospray.</p> <p>Frazionamento in Campo-Flusso (FFF): principi fondamentali e classificazione delle tecniche. Frazionamento in campo-flusso (FFFF) convenzionale e asimmetrico, FFF termico, gravitazionale e per sedimentazione. Frazionamento in campo flusso con fibra cava (HFFFF). Accoppiamento FFF-ESI-MS.</p> <p>Tecniche estrattive</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, SPME-HPLC,</p>

	<p>SPME-CE. 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.</p> <p>Interfacciamento fra plasma induttivamente accoppiato e spettrometria di massa (ICP-MS): strumentazione e applicazioni.</p> <p>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. Potenzimetria: 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 in HPLC.</p>
Testi di riferimento	<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 (varie edizioni)</p>
Note ai testi di riferimento	Il docente chiarisce a lezione quali parti dei testi suddetti possono fungere da supporto nello studio degli argomenti del corso.
Metodi didattici	Lezioni frontali mediante presentazioni con software PowerPoint, integrate da approfondimenti su lavagna tradizionale.
Metodi di valutazione (indicare almeno la tipologia scritto, orale, altro)	Colloquio orale
Criteri di valutazione (per ogni risultato di apprendimento atteso su indicato, descrivere cosa ci si aspetta lo studente conosca o sia in grado di fare e a quale livello al fine di dimostrare che un risultato di apprendimento è stato raggiunto e a quale livello)	Lo studente deve saper descrivere i principi fondamentali e gli aspetti strumentali, questi ultimi quantomeno a livello di schema a blocchi, delle tecniche analitiche oggetto del corso e valutarne pro e contro in modo critico.
Altro	