

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

**ANNO ACCADEMICO: 2023-2024**

**DENOMINAZIONE DELL'INSEGNAMENTO:**

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

Principali informazioni sull'insegnamento	
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/esercitazioni in aula e per il 100% delle esercitazioni di laboratorio

Docente	
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

Organizzazione della didattica			
Ore			
Totali	Didattica frontale	Pratica (laboratorio, campo, esercitazione, altro)	Studio individuale
150	24	45	81
CFU/ETCS			
6	3	3	

<b>Obiettivi formativi</b>	Conoscenza dei principi e delle procedure usate nelle analisi e nella caratterizzazione dei composti chimici basate su tecniche di tipo spettroscopico (assorbimento di radiazione e fluorescenza) e di tipo cromatografico specifico (cromatografia ionica). Conoscenza della statistica inferenziale fondata sull'assunzione della normalità della popolazione di interesse
<b>Prerequisiti</b>	Conoscenza della Chimica Generale, della Chimica Analitica volumetrica e della Fisica (soprattutto per quanto attiene l'ottica e l'elettromagnetismo), conoscenza delle procedure di base di un laboratorio chimico-analitico (uso della bilancia analitica, uso di pipette, micropipette, burette e pH-metro portatile).

<p><b>Metodi didattici</b></p>	<p>Lezioni frontali mediante presentazioni con software PowerPoint, integrate da approfondimenti su lavagna tradizionale o via software. Esercitazioni in aula sull'elaborazione dei dati. Esercitazioni in laboratorio.</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>○ Principi e procedure usate nelle analisi e nelle caratterizzazioni dei composti chimici basate su tecniche di tipo spettroscopico (assorbimento di radiazione e fluorescenza) e di tipo cromatografico specifico (cromatografia ionica)</li> <li>○ Conoscenza della statistica inferenziale fondata sull'assunzione della normalità della popolazione di interesse</li> </ul> </li> <li>- <b>Descrittore di Dublino 2:</b> capacità di applicare conoscenza e comprensione;             <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Applicazione delle nozioni di tipo strumentale apprese nel corso in oggetto e in quello con esso integrato (Chimica Analitica II) nell'effettuazione di esercitazioni di laboratorio volte all'analisi di vari analiti in matrici reali (latte, acque) o soluzioni incognite realizzate in laboratorio.</li> <li>○ Applicazione delle conoscenze statistiche apprese durante le lezioni frontali all'effettuazione di calcoli e test sui dati acquisiti nel corso delle esperienze di laboratorio.</li> </ul> </li> <li>- <b>Descrittore di Dublino 3:</b> capacità critiche e di giudizio             <ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Autonomia di giudizio</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Capacità di interpretare e valutare criticamente i dati sperimentali emergenti dalle esperienze di laboratorio.</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>• <i>Abilità comunicative</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Esporre le proprie conoscenze sulle tecniche analitiche strumentali e sulla statistica chimico-analitica in modo chiaro ed ordinato, con linguaggio scientifico appropriato, nel corso dell'esame orale.</li> <li>○ Descrivere i passaggi e i risultati delle esercitazioni di laboratorio in relazioni scritte, comprendenti l'effettuazione di test statistici appropriati.</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>• <i>Capacità di apprendere in modo autonomo</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Conoscere in modo chiaro le tecniche analitiche studiate, in termini di potenzialità, costi, applicabilità. Conoscere i test statistici descritti a lezione e saperli applicare criticamente, a seconda di specifiche esigenze.</li> </ul> </li> </ul> </li> </ul>

<p><b>Contenuti di insegnamento (Programma)</b></p>	<p>Il processo analitico: definizioni fondamentali. Classificazione dei metodi analitici. Principali campi di applicazione della chimica analitica.</p> <p>Generalità sulla radiazione elettromagnetica. Spettroscopia molecolare di assorbimento nell'ultravioletto-visibile. Legge di Lambert-Beer e sue deviazioni. Cenni sulla relazione fra struttura molecolare e assorbimento di radiazione. Strumentazione: sorgenti, selettori di lunghezza d'onda, rivelatori. Classificazione della strumentazione: fotometri e spettrofotometri, strumenti a raggio singolo e doppio. Strumenti multicanale, rivelatori a serie di diodi. Titolazioni spettrofotometriche. Analisi spettrofotometrica di miscele.</p> <p>Spettroscopia molecolare di luminescenza. Fluorescenza e fosforescenza. Resa quantica di fluorescenza. Relazione fra intensità di fluorescenza e concentrazione. Strumentazione per la spettroscopia di fluorescenza.</p> <p>Cromatografia ionica: principi fondamentali. Metodologie di rivelazione a colonna singola e con dispositivo di soppressione. Applicazioni della cromatografia ionica all'analisi di cationi e anioni.</p> <p>Presentazione e discussione delle esperienze di laboratorio.</p> <p>Errori nelle determinazioni analitiche: distinzione fra errori casuali e sistematici. Definizioni di precisione e accuratezza, di riproducibilità e ripetibilità, di media, mediana e deviazione standard. Contributi all'errore complessivo su una misura. Cifre significative. Propagazione degli errori. Variabili random discrete e continue. Funzioni di distribuzione e di densità di probabilità. Speranza matematica: definizione e proprietà. Covarianza e coefficiente di correlazione. Distribuzione normale. Teorema del Limite Centrale. Distribuzioni chi-quadro, t di Student e F. Inferenza statistica: parametri di popolazione e campionari. Intervallo di fiducia per la media e per la differenza fra due medie. Confronto fra una media ed un valore prefissato, confronto fra due medie.</p> <p>t-test appaiato. Confronto fra una varianza ed un valore prefissato. Confronto fra due varianze: F-test. Q-test di Dixon per l'eliminazione di un dato aberrante. Test chi-quadro e test di Kolmogorov.</p> <p>Regressione lineare. Coefficiente di correlazione. Precisione della regressione lineare. Calcolo di una concentrazione dalla retta di regressione. Metodo dell'aggiunta standard. Applicazione della regressione lineare al confronto di metodi analitici. Regressione lineare pesata.</p> <p>Distinzione fra segnale analitico e rumore. Soglia di decisione: criterio di Neyman-Pearson. Limite di rivelabilità e rapporto segnale/rumore. Approcci per la stima del limite di rivelabilità.</p> <p>Segnale e rumore nella strumentazione analitica. Classificazione dei diversi tipi di rumore: Johnson, shot e flicker noise, rumori ambientali. Cenni alle strategie per il miglioramento del rapporto segnale/rumore. Interventi sull'hardware: filtrazione analogica. Operazioni sul segnale mediante software: media, smoothing, filtrazione digitale.</p> <p><b>Esperienze di laboratorio</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1a. Determinazione fotometrica dell'antimonio</li> <li>1b. Titolazione spettrofotometrica del rame(II)</li> <li>2. Analisi spettrofotometrica di miscele</li> <li>3. Analisi della riboflavina mediante spettroscopia di fluorescenza molecolare.</li> <li>4. Determinazione della concentrazione di sodio e potassio in campioni di acqua mediante spettroscopia di emissione atomica in fiamma</li> </ol>
---	---

	<p>5. Analisi HPLC di un composto aromatico</p> <p>6. Separazione gas-cromatografica di una miscela di idrocarburi</p> <p>7. Analisi di anioni in campioni di acqua mediante cromatografia ionica</p>
<b>Testi di riferimento</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>Note ai testi di riferimento</b>	<p>Il docente chiarisce a lezione quali parti dei testi suddetti possono fungere da supporto nello studio degli argomenti del corso.</p>
<b>Materiali didattici</b>	<p>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.</p>

<b>Valutazione</b>	
Modalità di verifica dell'apprendimento	<p>Prova orale con discussione preliminare delle relazioni sulle esercitazioni di laboratorio preventivamente valutate dal docente.</p>

<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 dei principi fondamentali e degli aspetti strumentali, questi ultimi quantomeno a livello di schema a blocchi, e delle tecniche analitiche oggetto del corso</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 di un argomento</li> </ul> </li> <li>• <i>Autonomia di giudizio:</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Capacità di valutare i dati ottenuti dalle esperienze di laboratorio, evidenziando eventuali anomalie</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> <li>o Stesura in modo chiaro ed appropriato, soprattutto dal punto di vista dei calcoli statistici, delle relazioni sulle esercitazioni di laboratorio</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 ai metodi statistici 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 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, e sulla qualità delle relazioni di laboratorio. 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 LABORATORY 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/class tests and for 100% of laboratory sessions.

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	24	45	81
CFU/ETCS			
6	3	3	

<b>Learning Objectives</b>	Knowledge of principles and procedures used in the analysis and characterization of chemical compounds based on spectroscopic (absorption of radiation and fluorescence) or chromatographic (ion chromatography) techniques.
<b>Course prerequisites</b>	Knowledge of General Chemistry, volumetric Analytical Chemistry and Physics (especially electromagnetism), knowledge of base procedures in an analytical chemistry lab (use of analytical balance, pipettes, micropipettes, burettes and portable pH-meter).

<b>Teaching strategies</b>	Frontal lessons based on PowerPoint presentations, integrated by in-depth analyses on traditional blackboard or by software. Class tests on data processing. Laboratory sessions.
<b>Expected learning outcomes in terms of</b>	
<b>Knowledge and understanding on:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Principles and procedures used in analyses and characterizations of chemical compounds based on spectroscopic (radiation absorption or fluorescence) and chromatographic (ion chromatography) techniques</li> <li>○ Knowledge of inferential statistics based on the assumption of normality for the population of interest</li> </ul>

<p><b>Applying knowledge and understanding on:</b></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ Application of notions on instrumentations gained during the course in object and in the one integrated with it (Chimica Analitica II) in performing laboratory sessions aimed at the analysis of different analytes in real matrices (milk, water samples) or unknown solutions prepared in the laboratory</li> <li>○ Application of statistical knowledges gained during lectures to perform calculations and tests on data acquired during laboratory sessions.</li> </ul>
<p><b>Soft skills</b></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● <i>Making informed judgments and choices</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Ability to interpret and evaluate critically experimental data arising from laboratory sessions.</li> </ul> </li> <li>● <i>Communicating knowledge and understanding</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Express knowledges on instrumental analytical techniques and on analytical chemistry statistics in a clear and ordered manner and with appropriate scientific language during oral examination.</li> </ul> </li> <li>● <i>Capacities to continue learning</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Knowing clearly the studied analytical techniques in terms of potentialities, costs and applicability. Knowing statistical tests described during lectures and being able to apply them critically, according to specific requirements.</li> </ul> </li> </ul>

<b>Syllabus</b>	
<b>Content knowledge</b>	<p>The analytical process: fundamental definitions. Classifications of analytical methods. Main fields of application of analytical chemistry.</p> <p>General concepts on electromagnetic radiation. UV-Visible absorption molecular spectroscopy. Lambert-Beer law and its deviations. Hints on the relationship between molecular structure and radiation absorption. Instrumentation: sources, wavelength selectors, detectors. Classification of instrumentation: photometers and spectrophotometers, single and double beam instruments. Multichannel instruments, diode array detectors.</p> <p>Spectrophotometric titrations. Spectrophotometric analysis of mixtures.</p> <p>Molecular luminescence spectroscopy. Fluorescence and phosphorescence. Fluorescence quantum yield. Relationship between fluorescence intensity and concentration. Instrumentation for fluorescence spectroscopy.</p> <p>Ionic chromatography: fundamental principles. Detection methods based on single column or suppression device. Applications of ionic chromatography to the analysis of cations and anions.</p> <p>Presentation and discussion of laboratory sessions.</p> <p>Errors in analytical determinations: distinction between random and systematic errors. Definitions of precision and accuracy, reproducibility and repeatability, mean, median and standard deviation. Contributes to the total error on a measurement. Significant figures. Error propagation. Discreet and continuous random variables. Distribution and probability density functions. Expectation: definition and properties. Covariance and correlation coefficient. Normal distribution. Central limit theorem. Chi-squared, Student t and F distributions. Statistical inference: population and sample parameters. Confidence interval for the mean and for the difference between two means. Comparison between a mean and a fixed value, comparison between two means.</p> <p>Paired t-test. Comparison between a variance and a fixed value. Comparison between two variances: F-test. Dixon Q-test for the elimination of an outlier. Chi-squared and Kolmogorov tests.</p> <p>Linear regression. Correlation coefficient. Precision of linear regression. Calculation of a concentration from a regression line. Standard addition method. Application of linear regression to the comparison of analytical methods. Weighted linear regression.</p> <p>Distinction between analytical signal and noise. Decision threshold: Neyman-Pearson criterion. Detection limit and signal/noise ratio. Approaches to the estimate of detection limit.</p> <p>Signal and noise in analytical instrumentation. Classification of different types of noise: Johnson, shot and flicker noise, environmental noises. Hints on strategies to increase the signal/noise ratio. Procedures based on hardware: analogic filtration. Operations on a signal based on software: averaging, smoothing, digital filtration.</p> <p><b>Laboratory sessions</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1a. Photometric determination of antimony</li> <li>1b. Spectrophotometric titration of Cu(II)</li> <li>2. Spectrophotometric analysis of mixtures</li> <li>3. Analysis of riboflavin by molecular fluorescence spectroscopy</li> <li>4. Determination of sodium and potassium concentrations in water samples by flame atomic emission spectroscopy</li> </ol>

	5. HPLC analysis of an aromatic compound 6. Gas-chromatographic separation of a mixture of hydrocarbons 7. Analysis of anions in water samples by ion chromatography
<b>Texts and readings</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>Notes, additional materials</b>	During classes the teacher clarifies which parts of the above mentioned books can be a support for studying the course topics.
<b>Repository</b>	The website from which didactic materials can be downloaded, as PDF files, will be indicated to students at the beginning of the course

<b>Assessment</b>	
Assessment methods	Oral exam, with a preliminary discussion of reports on laboratory sessions, previously evaluated by the teacher.
Assessment criteria	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Knowledge and understanding</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Knowledge of fundamental principles and instrumental aspects, the latter at least at the level of a block scheme, and of analytical techniques object of the course</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 evaluate data obtained during laboratory sessions, emphasizing eventual anomalies.</li> </ul> </li> <li>• <i>Communication skills</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Express the topic object of a question in an ordered and consequential way</li> <li>○ Writing in a clear and appropriate manner, especially in terms of statistical calculations, of reports on laboratory sessions.</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 statistical methods object of the course.</li> </ul> </li> </ul>
Final exam and grading criteria	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 Chimica Analitica 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, and on the quality of laboratory reports. Honors are assigned when the answers to all questions are irreproachable.
<b>Further information</b>	