

Chimica Analitica con Laboratorio

Docente: Nicola Cioffi, nicola.cioffi@uniba.it, ricevimento possibile in ogni giorno lavorativo (orario e luogo da concordare con il docente via email almeno il giorno precedente).

Anno di Corso e semestre: Il anno, Il semestre

CFU: 8, di cui 5 CFU di lezione frontale e 3 CFU di laboratorio ed esercitazioni

Obiettivi del Corso

Il corso di Chimica Analitica fornisce allo Studente le nozioni fondamentali di chimica analitica e di equilibri ionici in soluzione utili alla caratterizzazione per via umida di soluzioni e materiali in esse disciolti. Inoltre, fornisce gli strumenti per poter valutare criticamente i risultati sperimentali ottenuti con una gestione su base statistica dell'incertezza di misura e dell'errore di estrapolazione da curve di calibrazione. Vengono inoltre somministrate informazioni circa le principali tecniche elettroanalitiche, che rappresentano la prima classe di tecniche di analisi strumentale affrontata dallo studente nel corso di studi di Scienza dei Materiali. Nelle attività di laboratorio vengono forniti i rudimenti sperimentali per condurre un'analisi volumetrica ed elettroanalitica. Il programma del corso consente quindi di acquisire le conoscenze culturali necessarie per affrontare i corsi degli anni seguenti, in particolare dei corsi a maggiore contenuto chimico e strumentale.

Prerequisiti

Competenze richieste di Chimica generale: Nomenclatura, Reazioni chimiche e bilanciamento, proprietà delle soluzioni, attività, concentrazione e relative unità di misura, potenziale chimico, sistemi acido-base in acqua, equilibrio chimico, fondamenti degli equilibri ionici in soluzione, equazione di Nernst, elettrolisi, celle galvaniche.

Competenze richieste di Matematica: Logaritmi e calcoli, calcolo con numeri esponenziali, Equazioni di secondo grado.

Programma

1. CHIMICA ANALITICA DI BASE ED ESERCITAZIONI NUMERICHE

•INTRODUZIONE ALLA CHIMICA ANALITICA

Terminologia e definizioni importanti; ruolo della chimica analitica nelle scienze; classificazione dei metodi di analisi chimica; fasi di una tipica analisi quantitativa

•CHIMICA DELLE SOLUZIONI ACQUOSE

Richiami ed esercizi su: soluzioni e loro concentrazioni, calcoli stechiometrici, la composizione chimica delle soluzioni acquose, equilibrio chimico con esercizi ed applicazioni.

•METODI DI ANALISI BASATI SULLA TITOLAZIONE

aspetti generali della titolazione volumetrica; soluzioni standard; calcoli volumetrici; curve di titolazione nei metodi basati su titolazioni

•TEORIA DELLE TITOLAZIONI ACIDO-BASE

soluzioni e indicatori per titolazioni acido/base; curve di titolazione per acidi forti e basi forti; soluzioni tampone; curve di titolazione per acidi deboli; curve di titolazione per basi deboli; la composizione delle soluzioni tampone in funzione del pH; acidi e basi polifunzionali; calcolo del pH di soluzioni di anfoteri; curve di titolazione per acidi deboli; curve di titolazione per basi deboli; la composizione di soluzioni di un acido poliprotico in funzione del pH; reagenti per le reazioni di neutralizzazione; applicazioni tipiche delle titolazioni di neutralizzazione

•ALTRI METODI TITRIMETRICI:

titolazioni di precipitazione, complessometriche, red-ox

•TEORIA DEGLI ERRORI E CENNI DI STATISTICA

Richiami su le varie tipologie di errore, rigetto di dati sospetti (Q test), t di student ed intervallo di confidenza, test di ipotesi (confronto fra media e valore vero, confronto fra medie), incertezza di misura e gestione dell'arrotondamento

•METODI DI INTERPOLAZIONE E METODI DI CALIBRAZIONE

minimi quadrati lineari; estrapolazione di dati da una retta di interpolazione ed errore associato; classificazione dei metodi quantitativi di analisi; principali metodi di calibrazione in Chimica Analitica

2. CHIMICA ELETTROANALITICA

•INTRODUZIONE ALLA CHIMICA ELETTROANALITICA.

Richiami di Electrochimica di base: Celle, Potenziali elettrodi ed Equazione di Nerst. Elettrodo standard ad idrogeno. Potenziale di giunzione liquida. Celle elettrolitiche. Polarizzazione. Caduta ohmica. Doppio strato elettrico. Classificazione generale dei metodi elettroanalitici.

•POTENZIOMETRIA

Principi generali. Elettrodi di riferimento a calomelano e ad argento-cloruro di argento. Elettrodi indicatori metallici di prima, seconda, terza specie, redox inerti. Elettrodi indicatori a membrana. Elettrodi a vetro sensibili al pH. Errori alcalino e acido. Calibrazione di un pH-metro. Elettrodi iono-selettivi

•COULOMBOMETRIA ED ELETTROGRAVIMETRIA

Principi generali in Coulombometria ed Elettrogravimetria. Modalità operative di un'elettrolisi analitica. Effetti della polarizzazione. Elettrolisi a corrente costante, a differenza di potenziale costante, a potenziale dell'elettrodo di lavoro controllato. Selettività di un'elettrolisi potenziostatica.

•VOLTAMMETRIA

Principi generali. Polarizzazione di concentrazione. Voltammetria su elettrodo stazionario piano: Equazione di Cottrell. Cenni di Polarografia classica ed Equazione di Ilkovic. Equazione dell'onda polarografica. Corrente capacitiva e limiti di sensibilità in polarografia classica. Polarografia a campionamento di corrente, pulsate normale (NPP) e differenziale (DPP). Applicazioni della DPP. Voltammetria su elettrodi a stato solido. Voltammetria idrodinamica. Elettrodo a disco rotante ed elettrodo a disco-anello rotante. Voltammetria a scansione lineare (LSV). Voltammetria ciclica (CV). Equazione di Randles-Sevcik. Voltammetria ciclica su sistemi non polarograficamente reversibili. Cenni di cinetica delle reazioni elettrodeiche. Voltammetria ciclica in presenza di reazioni chimiche. Voltammetria di stripping.

LABORATORIO

1. familiarizzazione con materiale da laboratorio per volumetria e preparazione di uno standard primario,
2. standardizzazione di soluzioni di acido cloridrico (con indicatore e per via potenziometrica, incluso il trattamento statistico dei dati)
3. titolazione di una soluzione di idrossido di sodio (con indicatore e per via potenziometrica, incluso il trattamento statistico dei dati)
4. analisi titrimetrica di una soluzione a concentrazione incognita
5. preparazione di un elettrodo di riferimento
6. preparazione ed attivazione voltammetrica di un elettrodo di lavoro
7. analisi voltammetrica (dimostrazione) di una soluzione acquosa contenente analiti modello (ad es. $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^-$)

Modalità di valutazione

La valutazione finale deriva da quattro contributi aventi pari peso, ovvero il voto conseguito durante tre prove/esercitazioni svolte in itinere ed il voto attribuito all'analisi incognita conclusiva del laboratorio ed alle brevi relazioni redatte sulle esperienze condotte in laboratorio

Materiale didattico

Dispense del docente, e per eventuali approfondimenti sono consigliati i seguenti testi:

Chimica Analitica. Una introduzione Skoog, West, Holler – EdiSES

Chimica Analitica. Equilibri ionici e fondamenti di Analisi Chimica Quantitativa Desimoni - CLUEB

Fondamenti di Chimica Analitica D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler– EdiSES.

Electrochemical Methods A.J. Bard, L.R. Faulkner -Wiley