UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI DI MILANO-BICOCCA

COURSE SYLLABUS

Analytical Chemistry and Laboratory

2021-1-E2702Q087

Obiettivi

Obiettivo principale dell'insegnamento è fornire allo studente i fondamenti teorici e gli strumenti operativi dell'analisi chimica analitica necessari per la determinazione qualitativa e quantitativa della natura chimica di un campione di materia. Lo studente saprà definire i concetti relativi ai parametri di qualità di un metodo analitico; saprà suggerire idee e soluzioni a problemi analitici utilizzando le tecniche e le metodologie più comuni; saprà giustificare la scelta delle tecniche e degli strumenti ritenuti più idonei; sarà in grado di individuare un opportuno piano sperimentale analitico e sarà in grado di documentare il risultato analitico rappresentandone il valore con l'incertezza associata.

In particolare, al termine del corso, lo studente dovrà dimostrare di aver raggiunto i seguenti obiettivi formativi:

Conoscenza e capacità di comprensione. Al termine del corso lo studente conosce: i parametri fondamentali di qualità di un metodo analitico; i concetti di accuratezza, precisione, ripetibilità e riproducibilità; i fondamenti dei metodi di calibrazione in chimica analitica; i fondamenti e le componenti strumentali della spettroscopia molecolare di assorbimento nell'ultravioletto e nel visibile.

Capacità di applicare conoscenza e comprensione. Al termine del corso lo studente è in grado di: utilizzare la strumentazione comune analitica di laboratorio in modo appropriato; descrivere i parametri fondamentali di qualità di un metodo analitico; giudicare l'accuratezza e la precisione del dato sperimentale; descrivere i principi della calibrazione analitica; descrivere la strumentazione e le applicazioni della spettroscopia UV-visibile;

Autonomia di giudizio. Al termine del corso lo studente è in grado di: redigere e giustificare una relazione critica sui metodi analitici utilizzati e le informazioni ottenute dall'analisi del dato; realizzare un semplice piano sperimentale per la calibrazione analitica ed interpretarne i risultati.

Capacità di apprendimento. Al termine del corso lo studente è in grado di: comprendere i principi della chimica analitica studiati e la loro collocazione metodologica al fine di un impiego corretto e mirato al problema da risolvere; prevedere quale tipo di informazione sarà possibile enucleare dai dati in esame; valutare la possibilità di metodi

analitici alternativi per la soluzione del problema.

Abilità comunicative. Al termine del corso lo studente è in grado di: saper descrivere in forma scritta in modo chiaro e sintetico ed esporre oralmente con proprietà di linguaggio gli obiettivi, il procedimento ed i risultati delle elaborazioni effettuate; effettuare in modo collaborativo il lavoro sperimentale di laboratorio e lo sviluppo delle analisi del risultato analitico.

Contenuti sintetici

Introduzione alla chimica analitica e alle sue applicazioni. Gli errori nelle analisi chimiche e parametri di qualità dei dati sperimentali. Le cifre significative e la teoria della propagazione dell'errore nei calcoli chimici. Campionamento, standardizzazione e calibrazione. Validazione del metodo analitico. Principi teorici e strumentali della spettroscopia UV-visibile e IR. Verranno effettuate esperienze pratiche in laboratorio allo scopo di fornire manualità e capacità operativa.

Programma esteso

Introduzione alla chimica analitica e alle sue applicazioni. Obiettivi dell'analisi chimica: analisi qualitativa e analisi quantitativa. Definizioni di: tecnica, metodo, procedura, protocollo, misura, misurazione, campione, analita, standard, bianco, repliche, matrice, interferente. Descrizione delle fasi del processo chimico-analitico. Definizione del sistema chimico-analitico. Cenni di campionamento. Principali operazioni analitiche per la preparazione del campione. Definizione dei concetti di segnale strumentale, calibrazione e repliche per la stima dell'incertezza del risultato analitico.

Errori nelle misure sperimentali: errori sistematici e errori casuali. Definizione dei concetti di precisione e accuratezza. Stime dell'accuratezza e stime della precisione. Definizione di deviazione standard, deviazione standard pooled, deviazione standard della media, coefficiente di variazione. Definizione, interpretazione e applicazione degli intervalli di fiducia della media. Definizione di cifre significative di una misura. Regole di propagazione dell'incertezza nelle operazioni aritmetiche. Introduzione ai test statistici per la verifica delle ipotesi nella chimica analitica. Test t di Student per l'accuratezza. Test di Fisher per la precisione.

Teoria della calibrazione. Definizione di calibrazione e predizione inversa. Metodo dei minimi quadrati ordinari. I parametri della retta di calibrazione. La qualità della retta di calibrazione. Definizione di sensibilità e segnale del bianco. Errore standard della stima. Incertezza della predizione inversa. Metodi di calibrazione: standard esterno ed interno. Effetti matrice, metodo delle aggiunte standard (singole e multiple)

Validazione del metodo analitico. Ripetibilità e riproducibilità. Test per dati anomali. Test di recupero. Limiti di rivelabilità e di quantificazione. Linearità, range, selettività, sensitività, robustezza. Analisi della varianza (ANOVA).

Introduzione alla spettroscopia. Proprietà principali della radiazione elettromagnetica. Interazioni tra materia e radiazione elettromagnetica: definizioni di assorbimento ed emissione. Trasmittanza e Assorbanza. Legge di Lambert-Beer, specifiche e limitazioni. Assorbanza sperimentale e teorica e correzione del bianco. Definizione e caratteristiche degli spettri di assorbimento UV-visibile. Introduzione alla spettroscopia IR e principali caratteristiche.

Componenti strumentali per la spettroscopia UV-visibile: sorgenti, monocromatori, rivelatori. Spettrofotometri a

singolo raggio, doppio raggio. Errori nella lettura dell'assorbanza: precisione relativa sull'assorbanza. Applicazioni qualitative e quantitative della spettroscopia di assorbimento UV-visibile. Assorbimento per trasferimento di carica. Spettroscopia IR: accenno alle applicazioni qualitative e quantitative.

Le esperienze pratiche in laboratorio comprendono cinque attività inerenti ai contenuti del corso.

Prerequisiti

Nozioni e principi di chimica generale e inorganica.

Modalità didattica

Il corso si suddivide in lezioni frontali, esercitazioni e cinque esperienze di laboratorio. Nelle lezioni frontali vengono fornite le nozioni teoriche sulle tematiche affrontate. Le esercitazioni sono funzionali allo sviluppo delle capacità di analisi del dato analitico. Le esperienze di laboratorio prevedono l'applicazione dei principi e concetti introdotti durante le lezioni frontali. Sulla pagina e-learning del corso vengono aggiornate costantemente le slide delle lezioni e resi disponibili contenuti aggiuntivi per approfondimenti su specifici argomenti.

Nel periodo di emergenza Covid-19 le lezioni frontali si svolgeranno da remoto asincrono con alcuni eventi in modalità sincrona, i laboratori si svolgeranno in modalità mista: parziale presenza e lezioni da remoto sincrone.

Materiale didattico

I docenti forniscono le slides del corso e materiale di approfondimento, che vengono resi disponibili sulla pagina e-learning del corso. Il seguente libro di testo è inoltre raccomandato: F.J. Holler , S.R. Crouch: Fondamenti di Chimica Analitica di Skoog & West (III Edizione). EdiSES, 2015. Per ogni esperienza di laboratorio, viene fornita una scheda (sulla pagina e-learning del corso) che ne descrive approfonditamente i principi e le condizioni operative. Sulla pagina e-learning del corso sono disponibili le indicazioni per scrivere una relazione di laboratorio.

Periodo di erogazione dell'insegnamento

Secondo semestre

Modalità di verifica del profitto e valutazione

L'esame consiste di una prova scritta e una prova orale con discussione delle relazioni di laboratorio:

- la prova scritta comprende 30 domande a risposta multipla sugli argomenti esposti nella parte frontale del corso; gli studenti che ottengono esito positivo (almeno 18 risposte corrette) possono sostenere la prova orale;
- nella prova orale sono discussi gli argomenti presentati nelle lezioni e le relazioni relative alle esperienze di laboratorio.
- concorrono alla definizione del voto il risultato della prova orale, della prova scritta e la qualità delle relazioni di laboratorio

Per l'ammissione all'esame di profitto è necessario aver frequentato almeno quattro delle cinque esperienze di laboratorio. È inoltre necessario aver consegnato le relazioni relative a tutte le esperienze di laboratorio. Oltre all'apprendimento delle nozioni fondamentali esposte nel corso, concorrono alla definizione del voto finale i seguenti fattori: le relazioni relative alle esperienze di laboratorio in termini di completezza, accuratezza e chiarezza espositiva; il livello delle conoscenze acquisite; l'autonomia di analisi e giudizio; le capacità espositive e adeguatezza del linguaggio dello studente.

Durante il corso sono inoltre proposte agli studenti due prove parziali: una a metà ed una alla fine dello svolgimento della parte frontale del corso. Ciascuna prova parziale consiste di 20 domande a risposta multipla ed è considerata superata con almeno 12/20 risposte corrette. Gli studenti che ottengono esito positivo in entrambe le prove sono ammessi alla prova orale. Gli studenti che superano entrambe le prove parziali con un punteggio cumulato delle due prove uguale a o maggiore di 30/40 risposte corrette, accedono ad una prova orale ridotta, che riguarderà prevalentemente la discussione delle attività di laboratorio svolte in relazione alle tematiche fondamentali del corso.

Non è previsto il salto d'appello.

Nel periodo di emergenza Covid-19 gli esami saranno solo in forma orale e gli esami orali saranno solo telematici. Verranno svolti utilizzando la piattaforma WebEx e nella pagina e-learning dell'insegnamento verrà riportato un link pubblico per l'accesso all'esame di possibili spettatori virtuali.

Orario di ricevimento

I docenti ricevono gli studenti nei loro uffici previo appuntamento tramite e-mail.