UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI DI MILANO-BICOCCA

SYLLABUS DEL CORSO

Chimica Analitica

2021-3-E3201Q106

Obiettivi

Obiettivo principale dell'insegnamento è fornire allo studente i fondamenti teorici e gli strumenti operativi dell'analisi chimica 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 di analisi 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. Lo studente conosce: le fasi del processo chimico-analitico; i parametri fondamentali di qualità di un metodo analitico; i concetti di accuratezza, precisione, ripetibilità e riproducibilità di una misurazione; i fondamenti teorici dei metodi di calibrazione in chimica analitica; i fondamenti teorici e le componenti strumentali della spettroscopia, cromatografia e spettrometria di massa.
- Capacità di applicare conoscenza e comprensione. Lo studente è in grado di: utilizzare la strumentazione comune analitica di laboratorio in modo appropriato; scegliere il metodo analitico più adatto a raggiungere gli obiettivi dell'analisi; descrivere la qualità di un metodo analitico e l'affidabilità del risultato ottenuto; calcolare l'accuratezza e la precisione del dato sperimentale; progettare la sperimentazione necessaria per la calibrazione strumentale; descrivere la strumentazione e le applicazioni della spettroscopia, cromatografia e spettrometria di massa.
- Autonomia di giudizio. Lo studente è in grado di: scegliere il metodo analitico più adatto al raggiungimento degli obiettivi dell'analisi; progettare la sperimentazione in funzione del livello atteso di accuratezza del risultato, ottimizzando anche i costi e i tempi dell'analisi e minimizzando gli impatti sull'ambiente; scrivere una relazione completa sull'analisi effettuata, giustificando la scelta dei metodi analitici utilizzati ed interpretando i risultati analitici ottenuti in funzione della loro incertezza sperimentale.

- Capacità di apprendimento. 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. 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 i parametri di qualità dei dati sperimentali
- Campionamento, standardizzazione e calibrazione
- Introduzione alla spettroscopia UV-Vis e spettrometria di massa, principi teorici e strumentazione
- Introduzione alle separazioni analitiche, principi teorici e strumentazione
- Attività di laboratorio volte a fornire manualità e capacità operativa

Programma esteso

Introduzione alla chimica analitica, terminologia e 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 del campione, interferente, rumore del segnale. Descrizione delle fasi del processo chimico-analitico. Definizione del sistema chimico-analitico. Cenni di campionamento. Attrezzatura e principali operazioni analitiche per la preparazione del campione. Classificazione dei metodi analitici.

Strumenti di calcolo e test statistici per la chimica analitica. Gli errori nelle analisi chimiche e i parametri di qualità dei dati sperimentali: errore sistematico ed errore casuale. Metodi per stimare l'errore sistematico. Definizioni e stime di accuratezza e precisione. Controllo di qualità: le definizioni di ripetibilità e riproducibilità. Misure di precisione: definizione di deviazione standard, deviazione standard pooled, deviazione standard della media, coefficiente di variazione. Introduzione alle distribuzioni di probabilità: distribuzione Gaussiana e distribuzione di Student. Definizione, interpretazione e applicazione degli intervalli di fiducia della media. Sorgenti di errori nelle misure di massa e volume. Definizione di cifre significative di una misura. Le cifre significative nei calcoli numerici. Arrotondamento dei dati. Regole di propagazione dell'incertezza nelle operazioni aritmetiche. Introduzione ai test per la verifica delle ipotesi: definizioni di ipotesi nulla, ipotesi alternativa, livello di significatività del test. Test t di Student per l'accuratezza. Test F di Fisher per la precisione. Test Q di Dixon per i dati anomali. Analisi della varianza (ANOVA): stima della varianza analitica e della varianza di campionamento. Esempi di applicazione dei test statistici per valutare il risultato analitico.

Standardizzazione e calibrazione: obiettivo della calibrazione, definizione di bianco e standard, il metodo dei minimi quadrati ordinari, parametri di valutazione della calibrazione. Validazione del metodo analitico: definizione di sensibilità, selettività, intervallo lineare della calibrazione, limite di rivelabilità e di quantificazione, errore standard della stima, incertezza della predizione inversa. Metodo di calibrazione mediante standard esterno. Effetti matrice: definizione e applicazione del recovery.

Introduzione alla spettroscopia: principi teorici, equazioni e proprietà principali della radiazione elettromagnetica. Interazione tra la radiazione elettromagnetica e la materia. Definizione di Trasmittanza e Assorbanza. La legge di Lambert-Beer: descrizione dei suoi parametri e definizione dei campi di applicabilità della legge, sue specifiche e

limitazioni. Assorbanza sperimentale e teorica e correzione del bianco. Componenti strumentali per la spettroscopia di assorbimento molecolare UV-Vis: sorgenti, monocromatori, rivelatori.

Spettrometria di massa: principi teorici, ionizzazione elettronica, definizione di spettro di massa. Tipologie di spettrometri di massa: componenti di uno spettrometro di massa: sistema di iniezione, metodi di ionizzazione, analizzatore di massa, rivelatore. Interfacce cromatografia - spettrometria di massa.

Introduzione alle separazioni analitiche, principi teorici e strumentazione: classificazione dei metodi cromatografici. Cromatografia di eluizione in colonna e cromatografia su strato sottile (TLC). Definizione di cromatogramma. Caratteristiche della colonna cromatografica: costante di distribuzione, tempo di ritenzione, fattore di ritenzione e fattore di selettività. Efficienza della colonna cromatografica e sua descrizione: definizione di altezza equivalente del piatto teorico e numero di piatti teorici. Fattori che determinano l'efficienza della colonna cromatografica. Equazione di Van Deemter. Risoluzione della colonna cromatografica ed effetto dei fattori sulla risoluzione. Il processo di eluizione (isocratica e a gradiente). Cromatografia Gas-Liquido: il processo separativo, sistema di iniezione, colonne e loro caratteristiche (colonne capillari e impaccate), fasi stazionarie liquide, rivelatori a ionizzazione di fiamma (FID), rivelatori a conducibilità termica (TCD), rivelatori a cattura di elettroni (ECD). Cromatografia Liquido - Liquido: caratteristiche del cromatografo; sistemi di pompaggio e di iniezione del campione. Tipologie di colonne. Caratteristiche della fase stazionaria. Rivelatori. Cromatografia Ionica. Cenni di cromatografia di ripartizione, adsorbimento, esclusione e di affinità.

Verranno effettuate alcune attività in laboratorio (20 ore in totale) allo scopo di fornire migliore comprensione dei concetti teorici descritti nella parte frontale del corso, manualità e capacità operativa. Le attività di laboratorio avranno i seguenti obiettivi formativi: imparare a scegliere il dispositivo volumetrico più idoneo in funzione del livello di accuratezza richiesto, riconoscere le cifre significative di misure sperimentali, calcolare l'incertezza di una misura, valutare in modo critico l'affidabilità di un risultato analitico, costruire una retta di calibrazione, applicare la spettroscopia di assorbimento UV-Vis a campioni reali.

Prerequisiti

Chimica Organica
Chimica Generale ed Inorganica

Modalità didattica

Il corso si suddivide in:

- lezioni frontali (24 ore)
- esercitazioni (10 ore)
- attività di laboratorio (20 ore)

Nelle lezioni frontali vengono forniti i fondamenti teorici dell'analisi chimica qualitativa e quantitativa. Nelle esercitazioni vengono fornite le conoscenze di base per la trattazione statistica del dato analitico e vengono descritte le caratteristiche e le modalità operative della strumentazione di laboratorio. Le attività di laboratorio sono finalizzate alla sperimentazione dei principi e concetti introdotti durante le lezioni frontali. Le attività di laboratorio prevedono sia lavori individuali sia di gruppo.

Nel periodo di emergenza Covid-19 le lezioni si svolgeranno principalmente in modalità telematica asincrona: le lezioni videoregistrate verranno rese disponibili nella pagina e-learning del corso secondo l'orario ufficiale delle lezioni. Per approfondimenti e chiarimenti, i docenti organizzeranno degli incontri in itinere con modalità telematica sincrona. Le attività di laboratorio saranno in parte realizzate in modalità telematica sincrona (videoconferenza) con lavoro individuale supervisionato a distanza dai docenti e in parte in presenza nel laboratorio chimico.

Sulla pagina e-learning del corso vengono aggiornate costantemente sia le slide sia le video-registrazioni delle lezioni e resi disponibili contenuti aggiuntivi per approfondimenti su specifici argomenti.

Materiale didattico

I docenti forniscono le slides delle lezioni e delle esercitazioni e altro materiale di approfondimento, tutto disponibile sulla pagina e-learning del corso. Il libro di testo adottato è: F.J. Holler, S.R. Crouch: Fondamenti di Chimica Analitica di Skoog & West (III Edizione). EdiSES, 2015. Per ogni attività di laboratorio, viene fornita una scheda (sulla pagina e-learning del corso) che ne descrive sia i principi sia la procedura operativa. Sono anche fornite le linee-guida per l'uso corretto della strumentazione di laboratorio e per scrivere una relazione di laboratorio.

Periodo di erogazione dell'insegnamento

Primo semestre

Modalità di verifica del profitto e valutazione

L'esame consiste di una prova orale, che prevede la discussione degli argomenti presentati nelle lezioni, nelle esercitazioni e nelle esperienze di laboratorio, volta a valutare il raggiungimento degli obiettivi formativi. Per l'ammissione all'esame di profitto è necessario aver frequentato almeno per il 75% le attività di laboratorio ed aver consegnato per la valutazione le relazioni di laboratorio. Oltre alla verifica dell'apprendimento delle conoscenze fondamentali e delle capacità di comprensione dei problemi analitici e delle soluzioni più idonee, concorrono alla definizione del voto finale i seguenti fattori: la qualità delle relazioni 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.

Non è previsto il salto d'appello.

Durante l'emergenza Covid-19, la frequenza al laboratorio non sarà obbligatoria. Inoltre, gli esami orali saranno svolti con modalità telematica, utilizzando la piattaforma WebEx. Nella pagina e-learning dell'insegnamento verrà riportato un link pubblico per l'accesso all'esame di possibili spettatori virtuali.

Orario di ricevimento

Previo appuntamento da richiedere tramite e-mail ufficiale d'Ateneo, i docenti sono sempre disponibili a ricevere gli studenti nei loro uffici (edificio U1, piano terzo) o nella loro Webex personal room.