

## SYLLABUS DEL CORSO

### Laboratorio di Caratterizzazione Strumentale

2627-3-ESM01Q015

---

#### Obiettivi

L'obiettivo dell'insegnamento è l'introduzione alle tecniche spettroscopiche e metodologie di analisi utilizzate per lo studio delle più importanti classi di materiali.

#### *Conoscenze e capacità di comprensione*

Al termine del corso lo studente conosce le principali tecniche analitiche, specialmente la spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare in soluzione e allo stato solido, la Spettroscopia Infrarossa, la Spettroscopia UV-vis, i metodi calorimetrici e termogravimetrici, e la diffrazione di raggi-X da cristallo singolo e da polveri policristalline.

#### *Conoscenza e capacità di comprensione applicate*

Al termine del corso lo studente è in grado di analizzare ed interpretare i dati sperimentali ottenuti durante le esperienze di laboratorio:

1) spettri di Risonanza Magnetica Nucleare registrati in soluzione e allo stato solido, 2) spettri di Spettroscopia Infrarossa, 3) traccianti di analisi calorimetriche, 4) diffrattogrammi di polveri policristalline.

#### *Autonomia di giudizio*

Al termine del corso lo studente è in grado di individuare i metodi di caratterizzazione chimica più adatti alla descrizione dei materiali di interesse.

#### *Abilità comunicative*

Saper esporre con proprietà di linguaggio i temi trattati durante il corso e descrivere in una relazione scientifica in modo chiaro e sintetico il procedimento e i risultati delle esperienze condotte in laboratorio.

#### *Capacità di apprendere*

Essere in grado di applicare le conoscenze acquisite a contesti differenti da quelli presentati durante il corso e di comprendere gli argomenti trattati nella letteratura scientifica riguardante le tecniche di caratterizzazione descritte durante il corso.

## Contenuti sintetici

Il Corso consiste in lezioni teoriche ed esperienze in laboratorio. Il Corso comprende i principi generali delle principali tecniche analitiche, specialmente la spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare in soluzione e allo stato solido, la Spettroscopia Infrarossa, i metodi calorimetrici, e la diffrazione di raggi-X da cristallo singolo e da polveri policristalline. Inoltre il corso ricomprende l'acquisizione ed interpretazione di

1) spettri di Risonanza Magnetica Nucleare in soluzione e allo stato solido,

2) spettri di Spettroscopia Infrarossa e UV-vis

3) traccati di analisi calorimetriche e termogravimetriche

4) diffrattogrammi di polveri policristalline

e analisi quantitativa dei dati sperimentali.

## Programma esteso

Il corso comprende un inquadramento generale sulle metodologie più appropriate per l'analisi delle differenti classi di materiali e cenni sui metodi di raccolta dei dati sperimentali, seguito dallo svolgimento di esperienze in laboratorio mediante l'utilizzo di alcune tecniche analitiche e di riconoscimento strutturale. L'attività di laboratorio sarà preceduta da un ciclo di lezioni per richiamare i principi generali su cui si basa ciascuna tecnica, la descrizione di metodologie strumentali, di raccolta e di interpretazione dei dati specifici, e lo svolgimento di analisi qualitative e quantitative. Gli studenti svilupperanno la capacità di elaborazione anche mediante l'uso di opportuni software. Verranno presi in considerazione alcune categorie di materiali ed esplorate le tecniche più opportune per la caratterizzazione e l'analisi quantitativa. In particolare, sono previste le seguenti esercitazioni:

- Diffrazione di raggi-X su sistemi policristallini. Raccolta e interpretazione dei diffrattogrammi (per esempio quarzo), identificazione della cella cristallina, e affinamento dei parametri reticolari con il metodo dei minimi quadrati. Quantificazione delle fasi cristalline in sistemi a più componenti o contenenti più polimorfi. - Diffrazione di raggi-X su monocristallo. Raccolta dati, risoluzione e affinamento strutturale, determinazione della struttura cristallina. Analisi del diffrattogramma da cristallo singolo (reticolo reciproco) e determinazione di relazioni con la simmetria presente nel cristallo.

- NMR in soluzione. Preparazione del campione, raccolta degli spettri, trasformazione del segnale dal dominio dei tempi al dominio delle frequenze e interpretazione degli spettri con particolare riguardo al nucleo  $^1\text{H}$ . Durante l'esperienza in laboratorio gli studenti apprenderanno la metodologia per acquisire gli esperimenti che permettono di identificare la struttura molecolare.

- NMR stato solido. Tecniche di ottenimento dello spettro per rotazione all'angolo magico, cross polarization e disaccoppiamento ad alta potenza sui nuclei di carbonio-13 e silicio-29. Interpretazione della molteplicità dei segnali e simmetria. I segnali acquisiti su questi nuclei permetteranno di identificare le microfasi organiche ed inorganiche e la loro evoluzione in un sistema reattivo prescelto.

- Spettroscopia Infrarossa e UV-vis. Applicazioni allo studio di materiali organici e riconoscimento dei principali gruppi funzionali. Saranno utilizzate le stesse sostanze di cui è stata determinata precedentemente la struttura cristallina.

- Analisi termogravimetrica abbinata alla spettrometria di massa. Rilascio ed identificazione di specie volatili adsorbite su materiali, studio di processi reattivi e riconoscimento delle specie emesse.

## **Prerequisiti**

Gli studenti dovranno avere maturato la conoscenza dei principi fondamentali della chimica e della fisica.

## **Modalità didattica**

Le lezioni e le attività di laboratorio saranno svolte in italiano.

17 lezioni frontali da 2 ore e 1 lezione frontale da 1 ora svolte in modalità erogativa in presenza.

9 attività di laboratorio da 4 ore svolte in modalità interattiva in presenza.

## **Materiale didattico**

Si suggeriscono i seguenti libri e materiale di supporto:

- 1) Chimica Analitica Strumentale K. A. Rubinson, J. F. Rubinson Zanichelli
- 2) Understanding NMR spectroscopy, Understanding NMR spectroscopy, J. Keeler, Wiley 2010
- 3) NMR of Polymers, F. A. Bovey and P. Mirau, Academic Press.
- 4) Dispense del docente.

Le dispense del docente permetteranno agli studenti di seguire ed approfondire gli argomenti trattati durante le lezioni.

## **Periodo di erogazione dell'insegnamento**

III anno - I semestre

## **Modalità di verifica del profitto e valutazione**

Colloquio orale sugli argomenti svolti a lezione, alle esercitazioni e sulla relazione tecnica volto a verificare il livello delle

conoscenze acquisite, l'autonomia di analisi e giudizio, le capacità espositive dello studente

L'esame orale tratterà i seguenti argomenti:

1. gli aspetti teorici delle più importanti tecniche di analisi spettroscopiche e diffrattometriche

2. l'interpretazione degli spettri raccolti durante le esercitazioni e quelli di alcune molecole modello.
3. verrà analizzata e discussa la relazione scritta delle esperienze di laboratorio.

## **Orario di ricevimento**

Su appuntamento.

## **Sustainable Development Goals**

CONSUMO E PRODUZIONE RESPONSABILI

---