

ANNO ACCADEMICO 2013/2014

Programma dell'insegnamento: **Chimica Analitica Superiore Modulo B**

Docente Titolare del corso: **Prof. Rosanna Ciriello**

Corso di Laurea : **Corso di laurea Magistrale in Scienze Chimiche**

Denominazione insegnamento in lingua inglese: **ADVANCED ANALYTICAL CHEMISTRY – MODULE B**

Obiettivi formativi generali (risultati di apprendimento previsti e competenze da acquisire):

Il corso intende presentare gli aspetti fondamentali della moderna chimica analitica al fine di comprendere e valutare le potenzialità dei diversi metodi di analisi strumentale. Si percorrono tutti gli stadi che portano dal trattamento del campione, alla scelta del metodo di analisi, alla progettazione di una serie di prove sperimentali, fino all'acquisizione e al trattamento del segnale. L'obiettivo sarà quello di familiarizzare con tecniche analitiche avanzate per l'analisi di matrici complesse.

Programma del Corso:

TEORIA (3 CFU)

Introduzione. Classificazione dei metodi analitici: metodi classici e metodi strumentali. Strumenti per l'analisi: domini dei dati, domini non elettrici ed elettrici, segnali nel dominio analogico, informazioni digitali. Segnali e rumore: rapporto segnale/rumore. Sorgenti di rumore nelle analisi strumentali: rumore chimico, rumore strumentale. Incremento del rapporto segnale/rumore: interventi sull'hardware, operazioni sul segnale mediante software. Richiami di statistica: livello di fiducia, gradi di libertà, presentazione dei risultati, propagazione degli errori. Metodi quantitativi nell'analisi strumentale: metodo della curva di taratura, metodo delle aggiunte standard, metodo dello standard interno.

Tecniche Separative. Tecniche elettroforetiche: principi della separazione elettroforetica, flusso elettrosmotico, mobilità elettroforetica, equazioni fondamentali. Parametri di una separazione elettroforetica: efficienza, selettività, risoluzione. Aspetti strumentali: metodi di introduzione del campione e rivelatori in CE. Tecniche di elettroforesi capillare: elettroforesi capillare zonale, cromatografia capillare elettrocinetica micellare. Panoramica sullo sviluppo di metodi HPLC-UV/Vis: sviluppo di corse cromatografiche a temperatura programmata, ottimizzazione delle dimensioni delle particelle della fase stazionaria, Ultra Performance Liquid Chromatography. Tecniche cromatografiche multidimensionali: accoppiamento fra colonne gas cromatografiche; accoppiamento fra due colonne HPLC di tipo on-line e off-line.

Elettrochimica. Cinetica delle reazioni elettrodiche: l'equazione di Arrhenius e le superfici di energia potenziale, equazione di Butler-Volmer, la corrente di

scambio, l'equazione corrente-sovratensione, diagrammi di Tafel. Metodi basati sulla convezione forzata: profili di concentrazione per elettrodi planari in soluzioni quiescenti e agitate, elettrodo a disco rotante, equazione di Levich, equazione di Koutecky-Levich. Elettrodi modificati: adsorbimento fisico o chimico, formazione di legami chimici, film polimerici elettrosintetizzati, responso elettrochimico di monostrati adsorbiti, biosensori amperometrici.

Spettrometria di massa. Schema a blocchi di uno spettrometro di massa: sistemi di introduzione del campione, sorgenti di ioni, analizzatori di massa e risoluzione, rivelatori di ioni. Accoppiamento fra tecniche cromatografiche e spettrometria di massa. Cenni sull'accoppiamento GC-MS, problematiche associate all'accoppiamento on-line LC-MS, descrizione delle principali interfacce: particle beam, ionizzazione elettrospray (ESI), ionizzazione chimica a pressione atmosferica (APCI).

LABORATORIO (2 CFU)

Il corso sarà corredato da esperienze di laboratorio relative all'applicazione delle tecniche strumentali trattate:

- 1) Separazione di una miscela di nucleosidi mediante **elettroforesi capillare zonale** con rivelazione UV: ottimizzazione della metodica di separazione
- 2) Determinazione del contenuto di caffeina in una bevanda mediante **elettroforesi capillare micellare elettrocinetica**
- 3) Determinazione del coefficiente di diffusione del ferricianuro di potassio mediante **voltammetria idrodinamica**
- 4) **Elettrodi modificati**: realizzazione di un biosensore a glucosio ossidasi immobilizzata
- 5) Analisi mediante **LC-ESI-MS** di composti di interesse biologico

Testi di riferimento:

K.A. Robinson, J.F. Robinson, "Chimica Analitica Strumentale", Zanichelli, Bologna (2002)

D.C. Harris "Chimica Analitica Quantitativa", 2^a edizione, Zanichelli, Bologna (2005)

D.A. Skog, I.J. Leary, "Chimica Analitica Strumentale", EdiSES, Napoli (1995)

D. Baker., "Capillary Electrophoresis", Wiley-Interscience, New York, 1995

Dispense rilasciate dal docente

Propedeuticità consigliate: nessuna

Note: Gli studenti devono consegnare al docente almeno una settimana prima della data di appello le relazioni contenenti i risultati sperimentali ottenuti nel corso delle singole esercitazioni di laboratorio

Esame orale unico comprendente i due moduli A e B del corso di CHIMICA ANALITICA SUPERIORE

Esame integrato

☒ SI

☐ NO

Modalità d'esame
orale

☐ Prova scritta

☒ Prova orale

☐ Prova scritta e

Esame orale unico comprendente i due moduli A e B del corso di CHIMICA
ANALITICA SUPERIORE