

Chimica Analitica Avanzata 2022/2023 (Modulo B)

Riferimenti: File PDF a cura del docente:

Schede di Chimica Analitica Avanzata (Modulo B)

File: SchedeLaboratorioCAA2022_WEB.pdf (Canale 'Generale' TEAM Analitica Avanzata)

OVERVIEW dell'ambiente e degli ingredienti della Chimica Analitica

Lo scopo, il linguaggio e le variabili dell'Analisi Chimica

Analisi Chimica, Campione, Analita, Matrice, etc.

Metodi, Tecniche Analitiche e Procedure Analitiche

Classificazione delle Tecniche Analitiche e loro caratteristiche

Tecniche di analisi totale e tecniche di analisi parziale

Tecniche assolute e tecniche relative di analisi chimica

Ordine delle tecniche analitiche

Scala di operazione

Attributi di un Metodo Analitico: Accuratezza, Precisione, Specificità, Limite di Rivelazione e di Quantificazione, Linearità e Range, Robustezza.

QUANTIFICAZIONE E ERRORI DELLA CHIMICA ANALITICA

Formula di quantificazione di un metodo

Accuratezza e precisione dei risultati analitici

Incertezza di un risultato analitico

Errore, Errore casuale ed Errore sistematico

Intervallo di confidenza di un risultato analitico.

Media e Deviazione Standard di un array di misure ripetute.

Distribuzione normale dell'errore e probabilità

Funzione standard di distribuzione normale cumulativa e fattori di copertura.

Media e deviazione standard campionarie.

Deviazione standard e errore standard della media.

t -di student e intervallo di confidenza. Livello di confidenza.

t-testing.

Formule di propagazione della deviazione standard

Uso delle tecniche di analisi strumentale: tecnica di analisi dello standard esterno (ESTD).

Regressione lineare dei dati ESTD: dispersione intorno alla regressione, deviazione standard della pendenza e dell'intercetta. Coefficiente di determinazione.

Valutazione della deviazione standard di un risultato analitico ottenuto con la tecnica di calibrazione ESTD.

Determinazione del limite di rivelazione e del limite di quantificazione dai dati di calibrazione ESTD.

Uso della funzione REGR.LIN di Microsoft EXCEL.

Schede Esercitazioni Spettrofluorimetria

Scheda 1 Preparazione della soluzione standard di riboflavina e acquisizione della curva di calibrazione.

Scheda 2... Determinazione del contenuto di RF in una pasticca multivitaminica.

Scheda 9... Quenching della fluorescenza della RF da parte di una proteina (RfBP) estratta dall'albume dell'uovo.

Scheda 9bis... Studio del quenching dinamico della fluorescenza della chinina da parte del cloruro

Scheda 25 Introduzione alla Spettrofluorimetria

Diagrammi di Jablonski;

Assorbimento e Fluorescenza;

Dissipazione di energia attraverso processi uni-molecolari;

Il responso a un impulso di fotoni e la resa quantica di fluorescenza;

Il responso a un flusso continuo di fotoni;

Misura della fluorescenza sotto condizioni fotostazionarie;

Effetto della polarità del solvente sulla fluorescenza;

Quenching della fluorescenza;

Quenching Statico;

Quenching Dinamico;

Schede Esercitazioni GCC/MS 2022

Analisi target GCC/MS di microinquinanti semivolatili in un campione di acqua marina: metodo US EPA 3510 & US EPA 8270

Scheda 1 Estrazione dei composti semivolatili con diclorometano, concentrazione dell'estratto e acquisizione del cromatogramma GC/MS dell'estratto concentrato

Scheda 2... Acquisizione del cromatogramma GCC/MS di una miscela standard di n-alcane e di una miscela standard di composti semi-volatili

Scheda 3... Elaborazione dei Dati

Introduzione alla GCC/MS Capillary Gas Chromatography/Mass Spectrometry/2020

OVERVIEW

Background

Configurazione e componenti standard del sistema GCC/MS

Tuning

Ionizzazione a impatto elettronico (EI)

CROMATOGRAMMI RICOSTRUITI E MODI DI ACQUISIZIONE

RGC Reconstructed Gas Chromatogram (o TIC Total Ion Chromatogram)

Cromatogrammi di massa

Modo di acquisizione SIM Selected Ion Measurement

ACQUISIZIONE E INTERPRETAZIONE DELLO SPETTRO DI MASSA EI

Acquisizione dello spettro di massa EI

Interpretazione dello spettro di massa EI

IDENTIFICAZIONE E RICONOSCIMENTO

Librerie di spettri di massa

Controllo della qualità degli spettri di massa GCC/MS

Indici di ritenzione di Kovats

Retention Time Locking (RTL)

TECNICHE ANALITICHE

Introduzione del campione nel GCC/MS

Tecnica a temperatura programmata

Analisi GC di Spazio di Testa (Headspace GC analysis)

QUANTIFICAZIONE IN GCC/MS

Metodo di calibrazione dello standard interno (ISTD): Scopi e applicazione ai dati GC-MS

PPENDICE:

IONIZZAZIONE CHIMICA (CI)

ANALIZZATORI DI MASSA

Mass Range

Velocità di scansione

Minima Quantità Rivelabile (MDQ) e Range Dinamico Lineare

Potere Risolutivo (R) e Risoluzione

Filtro di massa a quadrupolo (QMFQuadrupole Mass Filter)

Arrays di analizzatori di massa (Triplo quadrupolo)

Schede Esercitazioni di Analisi Elettrochimica di Stripping

Determinazione voltammetrica di Zinco, Cadmio, Piombo, Rame, Tallio, Nickel, Cobalto e Cromo in campioni di acqua

Scheda 1 Reagenti e soluzioni pronte all'uso necessarie per l'analisi

Scheda 2 Preparazione del campione e determinazione di Zn, Cd, Pb, Cu e Tl via analisi di stripping anodico (ASV) al HMDE (Hanging Drop Mercury Electrode)

Scheda 3 Preparazione del campione e determinazione di (Co e Ni) e Cr(+6) via analisi di stripping catodico (CSV) al HMDE (Hanging Drop Mercury Electrode)

Scheda 4... Elaborazione dei dati

Scheda 14... Analisi Elettrochimica di Stripping: un'introduzione

OVERVIEW

Overview: Il linguaggio dell'elettrochimica

Overview: Modi di trasporto di massa e flussi di massa

Overview: Derivazione dell'equazione di Butler-Volmer

Overview: Le leggi di Fick e le equazioni della diffusione

Overview: L'esperimento di Cottrell

Overview: Doppio Strato Elettrificato (EDL) e Corrente di carica, ic

Overview: Voltammetria LSVLinearSweepVoltammetry e CVCyclicVoltammetry

Overview: Voltammetria DPVDifferential Pulse Voltammetry

ANALISI ELETTROCHIMICA DI STRIPPING (AES:)

AES: Background

AES: Voltammetria di stripping anodico (ASV)

AES: Voltammetria di stripping catodico (CSV)

AES: Voltammetria di stripping per adsorbimento (AdSV)

AES: Determinazione AES di tracce di metalli e metalloidi.

AES: Determinazione ASV di Zn,Cd,Pb,e Cu.

AES: Determinazione AdCSV di Nickel e Cobalto
AES: Determinazione ASV del Mercurio .
AES: Determinazione CSV del Cromo
AES: Determinazione CSV dell'Arsenico
AES: Determinazione CSV del Selenio

QUANTIFICAZIONE IN ELETTROANALISI

Metodo di calibrazione delle aggiunte standard (ASTD): scopi e applicazioni ai dati voltammetrici.

RISULTATI DI APPRENDIMENTO ATTESI

Conoscenza e capacità di comprensione

Lo studente deve avere una estesa comprensione dei principi dell'analisi strumentale, delle varie tecniche di calibrazione e dell'elaborazione statistica dei dati sperimentali e essere in grado di convertire il principio di una tecnica in un possibile metodo analitico.

Conoscenza e capacità di comprensione applicate

Lo studente deve essere in grado di analizzare le problematiche relative all'analisi di campioni reali, di individuare una tecnica appropriata per l'analisi di un dato tipo di campione e di stabilire una possibile procedura analitica e di prevederne i risultati.

Eventuali ulteriori risultati di apprendimento attesi, relativamente a:

Autonomia di giudizio: Lo studente deve dimostrare di comprendere la chimica, la funzione della strumentazione e le assunzioni su cui è basato un metodo analitico per la determinazione di un particolare analita in una particolare matrice e, eventualmente, di modificare la procedura in modo da renderne più agevole l'esecuzione sotto le specifiche condizioni del proprio laboratorio e/o per adattarla alle caratteristiche specifiche del campione analizzato.

Abilità comunicative: Lo studente deve saper presentare in maniera convincente i risultati delle proprie analisi in modo che l'utente di tali risultati ne possa valutare l'attendibilità e il grado di incertezza con essi connesso. Se richiesto, lo studente deve essere in grado di fornire dettagli sia degli aspetti chimici che strumentali concernenti una particolare analisi chimica.

Capacità di apprendimento: A partire dalle nozioni acquisite lo studente deve essere in grado di reperire e interpretare autonomamente eventuali informazioni aggiuntive e/o più specifiche concernenti sia la chimica su cui è basata una metodologia analitica sia i dettagli della strumentazione impiegata in modo da essere in grado di superare eventuali ostacoli e/o fenomeni inattesi e/o risultati imprevisti durante l'analisi di un campione incognito.