



UNIVERSITÀ
degli STUDI
di CATANIA

DIPARTIMENTO DI SCIENZE CHIMICHE

Corso di laurea in Chimica

Anno accademico 2017/2018 - 2° anno

CHIMICA ANALITICA II E LABORATORIO M - Z

CHIM/01 - 7 CFU - 2° semestre

Docente titolare dell'insegnamento

ROBERTA D'AGATA

Email: dagata.r@unict.it

Edificio / Indirizzo: Ed.1 Dipartimento di Scienze Chimiche, Viale Andrea Doria 6, 95126 Catania

Orario ricevimento: Tutti i giorni previo appuntamento via email

OBIETTIVI FORMATIVI

Il corso è mirato a fornire le basi teoriche delle tecniche di analisi strumentale. Le conoscenze acquisite dovranno consentire di valutare le potenzialità, i vantaggi ed i limiti delle metodologie trattate con particolare riferimento alle tecniche spettroscopiche ed elettrochimiche. Il corso si articola in lezioni frontali ed ore di laboratorio. Durante le lezioni verranno fornite le informazioni necessarie per permettere la esecuzione e la comprensione delle esperienze di laboratorio, con valutazione critica ed elaborazione dei dati sperimentali e presentazione dei risultati.

PREREQUISITI RICHIESTI

Conoscenza dei concetti fondamentali della Chimica Generale, Chimica Organica, Fisica, Matematica e Chimica Analitica I.

FREQUENZA LEZIONI

Obbligatoria

CONTENUTI DEL CORSO

1. Spettroscopia

Radiazione elettromagnetica: natura ondulatoria, natura corpuscolare, effetto fotoelettrico e diffrazione, principio di Heisenberg. Descrizione matematica di un'onda, sovrapposizione di onde. Spettro elettromagnetico. Radiazione visibile: caratteristiche dell'occhio. Rifrazione, indice di rifrazione, legge di Snell, riflessione interna totale. Interazione radiazione materia: riflessione, trasmissione/assorbimento, diffusione (Rayleigh, Mie, Raman). Polarizzazione delle radiazioni. Assorbimento ed emissione delle radiazioni. Assorbimento atomico, numeri quantici, momento angolare totale, accoppiamento jj e Russell-Saunders, termini spettroscopici, regole di selezione. Assorbimento molecolare. Moti vibrazionali e

rotazionali. Fluorescenza, fosforescenza e fluorescenza ritardata. Diagrammi di Jablonski. Rilassamenti radiativi e non radiativi.

2. Spettroscopia UV-vis

Caratteristiche generali. Trasmittanza, assorbanza, Legge di Beer, sua derivazione. Additività dell'assorbanza. Limitazioni della legge di Beer: limitazioni reali, deviazioni chimiche, deviazioni strumentali. Fotometro e spettrofotometro. Spettrofotometro a raggio singolo, Spettrofotometro a doppio raggio: nello spazio, nel tempo. Sorgenti: a spettro continuo (Tungsteno, deuterio, xenon), a righe (Hg). Selettori di lunghezza d'onda: filtri ad interferenza, monocromatori: a prisma, a reticolo (a gradinata: dispersione angolare, potere risolvante). Trasduttori: detettività e responsività, celle fotovoltaiche, fotocatodi, tubi fotomoltiplicatori, serie di diodi, ad iniezione di carica, a carica accoppiata.

3. Spettroscopia infrarossa

Caratteristiche generali. Oscillatore armonico ed anarmonico, momento dipolare di transizione, moti rotazionali e spettri roto-vibrazionali. Modi vibrazionali molecolari. Principali segnali IR: zona gruppi funzionali, zona fingerprint. Spettrofotometri a dispersione. Spettrofotometri in trasformata di Fourier: Dominio del tempo e dominio delle frequenze, trasformata di Fourier, Interferometro di Michelson. Sorgenti: Globar, Nernst, Tungsteno, Arco di mercurio, Laser. Rivelatori: fotodiodi (fotovoltaici e fotoconduttori), piroelettrici. Caratteristiche spettro IR ed interferenze. Celle per analisi di gas e liquidi. Analisi di solidi. Riflettanza diffusa. Riflettanza totale attenuata. Microscopia. Analisi da remoto.

4. Spettroscopia Raman

Caratteristiche generali. Effetto Raman. Polarizzabilità. Confronto con spettroscopia IR. Intensità segnale Raman. Rapporto di depolarizzazione. Resonance-enhanced Raman Scattering. Surface enhanced Raman Scattering. Componenti strumentali: Sorgenti. Spettrometro dispersivo ed in trasformata di Fourier. Microscopia Raman.

5. Metodi elettrochimici

Caratteristiche generali. Cella galvanica. Potenziale elettrodico. Equazione di Nernst. Cella elettrolitica. Potenziale di giunzione, ponte salino. Doppio strato elettrico. Metodi elettroanalitici. Potenziale ohmico. Polarizzazione dell'elettrodo: concentrazione, reazione, adsorbimento, desorbimento, cristallizzazione, trasferimento di carica, trasporto di massa ed equazione di Nernst-Planck, legge di Fick. Potenziometria. Elettrodi di riferimento: standard ad idrogeno, calomelano, Ag/AgCl. Elettrodi indicatori: prima, seconda e terza specie, redox, a membrana. Elettrodo a vetro: cos'è il vetro, potenziale di interfase, potenziale di asimmetria, calibrazione, errore alcalino ed acido. Elettrodo a vetro combinato. Potenziometro, errore di carico, inseguitori di tensione.

6. Fluorescenza di Raggi X (XRF)

Principi fondamentali, l'emissione di raggi X, radiazione continua e caratteristica, legge di Moseley, resa di fluorescenza e processi competitivi, regole di selezione, notazione di Siegbahn e notazione IUPAC. Interazione dei raggi X con la materia. Attenuazione dei raggi X. Assorbimento dei raggi X. Componenti strumentali: a) filtri e monocromatori, b) sorgenti di raggi X: tubo a raggi X, tubo ad anodo rotante, sorgenti a radioisotopi, luce di sincrotrone, c) rivelatori: a riempimento gassoso, a scintillazione, in stato solido, d) selettore di ampiezza degli impulsi. Spettroscopia di fluorescenza di raggi X a dispersione di energia (EDXRF). Spettroscopia di fluorescenza di raggi X a dispersione di lunghezza d'onda (WDXRF). Cenni: scanning electron microscope EDS/WDS, Particle induced xray emission (PIXE), Total reflection XRF (TR-XRF). Analisi quantitativa: Effetti matrice e loro correzione, correzione ZAF. Esempi di applicazione dei metodi analitici basati sulla fluorescenza di raggi X.

7. Laser

Proprietà radiazioni Laser. Emissione spontanea e stimolata. Popolazione degli stati ed inversione della popolazione. Cavità risonante. Laser in stato solido: Laser al Rubino, Laser Nd:YAG. Laser gassosi: Laser He-Ne, Laser Ar+, Laser ad eccimeri. Laser a coloranti.

8. Statistica delle misure ripetute

Correlazione tra variabili, covarianza, coefficiente di correlazione. Regressione lineare: metodo dei minimi quadrati, deviazione standard della regressione, della pendenza, dell'intercetta e dei valori dedotti dalla retta, bontà dell'adattamento, coefficiente di determinazione. Effetto matrice, recupero, metodo delle aggiunte standard. Sensibilità. Limite di rivelazione e di quantificazione.

Esperienze di laboratorio:

Costruzione di un fotometro per misure di assorbanza:

Circuiti stampati. Simboli per componenti elettronici. Legge di Ohm, legge di Kirchhoff, partitore di tensione e partitore di corrente. Resistenze e relative convenzioni. Semiconduttori intrinseci ed estrinseci, droganti p ed n. Diodi: polarizzazione diretta ed inversa. Light emitting diode(LED). Fotoresistenze. Amplificatori operazionali: dispositivi a comparazione, inseguitori di tensione, amplificatori operazionali invertenti.

Determinazione spettrofotometrica del ferro mediante 1,10 fenantrolina

Titolazioni potenziometriche di: Acido fosforico. Determinazione del contenuto di acido fosforico nella Coca-cola per via potenziometrica.

TESTI DI RIFERIMENTO

-Appunti di lezione.

-Skoog, Leary, "Chimica Analitica Strumentale", Edises.

-Skoog, Holler, Nieman, "PRINCIPLES OF INSTRUMENTAL ANALYSIS", Brooks Cole.

ALTRO MATERIALE DIDATTICO

Dispense o altro materiale fornito dal docente

PROGRAMMAZIONE DEL CORSO

	*	Argomenti	Riferimenti testi
1	*	Tutti	

* Conoscenze minime irrinunciabili per il superamento dell'esame.

N.B. La conoscenza degli argomenti contrassegnati con l'asterisco è condizione necessaria ma non sufficiente per il superamento dell'esame. Rispondere in maniera sufficiente o anche più che sufficiente alle domande su tali argomenti non assicura, pertanto, il superamento dell'esame.

VERIFICA DELL'APPRENDIMENTO

MODALITÀ DI VERIFICA DELL'APPRENDIMENTO

Esame finale

Colloquio orale e 2 relazioni scritte
