



A.S. **2022 - 2023**

Classe **4 CA**

Disciplina **ANALISI CHIMICA STRUMENTALE**

Proff. **ELISABETTA CERETI / LAURA DANINI (ITP)**

PROGRAMMA SVOLTO

RIPASSO DEL CALCOLO STECHIOMETRICO

Calcoli stechiometrici quantitativi sulle reazioni chimiche.

Calcoli relativi agli equilibri acido/base: il pH di acidi e basi forti e deboli.

Bilanciamento delle reazioni di ossidoriduzione.

Laboratorio:

- Sicurezza in laboratorio, D.Lgs 81/2008, regolamento REACH e CLP, norme di comportamento in laboratorio e DPI e DPC.
- Spiegazione esperienza di evidenza di reazioni.
- Ripasso teoria dell'analisi volumetrica, concetto di titolazione, titolazioni acido base.
- Preparazione tramite pesata di una soluzione di NaOH e standardizzazione con ftalato acido di potassio.
- Titolazione di una soluzione a titolo incognito di HCl.
- Standardizzazione KOH, per titolazione olio di oliva.
- Determinazione dell'acidità dell'olio di oliva mediante titolazione acido debole/base forte.
- Determinazione dell'acidità di un aceto commerciale.

Titolazioni di ossidoriduzione e permanganometria:

- Standardizzazione KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$,
- Determinazione del Fe^{2+} nel sale di Mohr e
- Determinazione della concentrazione di H_2O_2 commerciale.

INTRODUZIONE AI METODI OTTICI

Dualismo ondulatorio-corpuscole di luce e materia. Principi di meccanica quantistica. Livelli energetici di atomi (nucleari, elettronici, traslazionali) e molecole (nucleari, elettronici, vibrazionali, rotazionali, traslazionali), spettri di assorbimento e di emissione, a bande (molecolari) ed a righe (atomici).

Modalità di interazione tra luce e materia: assorbimento, trasmissione, riflessione, diffusione, rifrazione, diffrazione.

Parametri di Assorbanza e Trasmittanza. Legge di Lambert Beer.

Analisi qualitativa dello spettro e analisi quantitativa mediante retta di calibrazione.

SPETTROFOTOMETRIA MOLECOLARE UV-vis

-Principi teorici: gli orbitali molecolari (OM), i fenomeni di interazione luce-materia e le tipologie delle transizioni elettroniche di valenza tra OM. Regole di selezione.

Struttura chimica dei gruppi Cromofori ed Auxocromi nelle molecole (effetti batocromo, ipsocromo, ipocromo, ipercromo).

-Interpretazione degli spettri a bande delle molecole: analisi qualitativa (spettro di assorbimento), analisi quantitativa (con retta di calibrazione e legge di Lambert Beer).

-Componentistica strumentale: tipi e funzione di sorgenti (UV, vis o UV/vis), monocromatori (a filtro, prisma e reticolo di rifrazione e diffrazione), rivelatori (fotomoltiplicatori, fotodiodi), sistemi di elaborazione del segnale.

Metodi di calibrazione: esterna, con standard interno e metodo delle aggiunte multiple.

Esercizi di calcolo inerenti alla calibrazione e propedeutici all'Esame di Stato.

Laboratorio:

- Linearità fotometrica con il test del KMnO_4 in soluzione acquosa.
- Spettri di assorbimento nel visibile del KMnO_4 con spettrofotometro mono raggio.
- Esercitazioni con lo spettrofotometro: le rette taratura.
- Retta di taratura del Ferro con o-fenantrolina.

SPETTROMETRIA IR

-Principi teorici: fenomeni di interazione luce-materia (classificazione delle vibrazioni molecolari di stretching e bending), regole di selezione.

Equazione per il calcolo teorico del numero di vibrazioni di una molecola.

-Spettri di assorbimento: fattori intramolecolari (intorno molecolare) e intermolecolari (stato fisico) legati allo spostamento delle bande.

Interpretazione degli spettri in trasmittanza; analisi qualitativa (e analisi quantitativa). Studio del riconoscimento dei principali gruppi funzionali.

Esercizi di interpretazione dello spettro di sostanze incognite.

-Componentistica strumentale: tipi e funzione di sorgenti IR, comparto porta campione (per solidi, liquidi e gas), monocromatori, rivelatori e sistemi di elaborazione del segnale.

Spettrofotometria IR in FT: l'interferometro di Michelson e la Trasformata di Fourier. Principali differenze e vantaggi funzionali.

Spettrometria in trasmissione, a riflettanza totale attenuata (ATR) e NIR.

Laboratorio:

-Studio della componentistica dello spettrometro IR in riflessione e ATR.

SPETTROFOTOMETRIA ATOMICA

Spettrometria in Assorbimento Atomico (AAS):

-Principi teorici; fenomeni di interazione luce-materia (salti quantici degli elettroni tra orbitali atomici OA), regole di selezione, spettri a righe di assorbimento.

-Applicazione analitica; analisi quantitativa di tracce di metalli.

-Componentistica strumentale: tipi e funzione di sorgenti a righe, sistemi di atomizzazione (a fiamma, a fornetto di grafite, FIAS), monocromatori, rivelatori e sistemi di elaborazione del segnale

Laboratorio:

-Studio della componentistica dello spettrometro ICP.

Spettrometria in Emissione Atomica (AES):

-Principi teorici; spettri a righe di emissione.

-Applicazione analitica; analisi qualitativa e quantitativa di metalli.

-Componentistica strumentale: tipi e funzione di sistemi di atomizzazione/eccitazione a fiamma, al plasma, descrizione della torcia al plasma, monocromatori e policromatori, rivelatori CID e CCD, sistemi di elaborazione dati.

Laboratorio:

-Studio della componentistica dello spettrometro ICP.

-Complessometria.

-Standardizzazione dell'EDTA con CaCO_3 e determinazione della durezza totale dell'acqua.

-Titolazione complessometrica del Cu^{2+} .

-Determinazione della durezza totale dell'acqua di rete.

CROMATOGRAFIA

Principi della separazione cromatografica: fase stazionaria e fase mobile. I meccanismi di separazione: adsorbimento, scambio ionico, ripartizione, esclusione molecolare, affinità.

Cromatogramma: picco cromatografico, larghezza (alla base, a metà altezza e ai flessi) deviazione standard, altezza, area, tempo di ritenzione e tempo morto.

Grandezze e parametri cromatografici: Selettività e fattore di separazione, Efficienza e deviazione standard relativa, numero di piatti teorici N e altezza equivalente H . Risoluzione e fattore di risoluzione (R_s).

Fattori di allargamento di banda: Teoria dei piatti teorici e delle velocità. Equazione di Van Deemter.

Principali tecniche cromatografiche: classiche (Thin Layer Chromatography - TLC, Paper Chromatography - PC e cromatografia su colonna classica) e strumentali (gascromatografia – GC e High Performance Liquid Chromatography - HPLC).

GC componentistica strumentale: iniettore di FM gassosa e campione (on column, split e splitless e spazio di testa), colonne capillari (aperte e impaccate), camera di termostatazione, rivelatore (FID, TCD, a cattura elettronica), elaboratore.

HPLC componentistica strumentale: iniettore di FM liquida e campione, camera di miscelazione, pompa (a pistone, a membrana, reciprocanti), precolonna, colonna, rivelatore (UV-vis, a fluorescenza, rifrattometro, conduttimetro), elaboratore.

Laboratorio:

- Cromatografia su colonna classica di miscele di coloranti e pigmenti.
- TLC Acido acetilsalicilico sintetizzato in chimica organica.

SPETTROMETRIA DI MASSA

Applicazioni analitiche: analisi qualitative e quantitative di analiti molecolari (organici).

Fasi operative: vaporizzazione, ionizzazione (metodi di soft ed hard ionization, ad impatto elettronico e chimico), frammentazione, accelerazione, separazione dei frammenti ed elaborazione dello spettro di massa.

Spettro di massa: picco dello ione molecolare e dello ione base, fattore di risoluzione.

MS componentistica strumentale: sistema di introduzione del campione, camera/e di ionizzazione, acceleratore e focalizzatore di ioni (ion-gun), pompa per alto vuoto, analizzatore (a tempo di volo, a quadrupolo e a focalizzazione elettromagnetica), rivelatore, sistema di elaborazione dei segnali e sistema di controllo.

Cenni interpretativo dello spettro di massa e di riconoscimento dello ione molecolare (parent ion).

METODI ELETTROCHIMICI

Introduzione alle grandezze e relative unità di misura: corrente elettrica (A), differenza di potenziale elettrico (V), resistenza elettrica (Ω), conducibilità elettrica (μS), quantità di carica (C).

Richiamo alle reazioni di ossidoriduzione e metodo di bilanciamento (in ambienti acido e basico). Spontaneità delle reazioni in base alla Serie Elettrochimica dei potenziali di riduzione standard (E°). Le celle elettrochimiche: studio compositivo delle celle galvaniche (pile) ed elettrolitiche. L'equazione di Nernst, la forza elettromotrice (FEM) e lo schema della pila. Tipi di elettrodi: di prima, seconda, terza e quarta specie. Gli elettrodi di riferimento e di misura.

Potenziometria: il pHmetro e l'elettrodo combinato a vetro (componentistica strumentale).

Laboratorio:

Potenziometria:

- Taratura del pH-metro con soluzione tampone;
- Titolazione potenziometrica acido forte/base forte e costruzione della curva di titolazione, con individuazione del punto di equivalenza.

Elettrochimica:

- Costruzione in laboratorio di un piccolo esempio di Pila Daniell.

CINETICA CHIMICA

Velocità di reazione ed unità di misura. Differenza fra velocità media e velocità istantanea. Fattori che influenzano la velocità di reazione

Teoria degli urti.

Legge della velocità ed ordini di reazione-Meccanismo di reazione.

Influenza della temperatura ed equazione di Arrhenius.

Catalizzatori- Catalisi omogenea ed eterogenea.

Libri di testo:

Dispense del Docente.

Testo di riferimento (consigliato senza obbligo di acquisto): Elementi di analisi chimica e strumentale – tecniche di analisi per chimica e materiali. Cozzi R., Protti P., Ruaro T. Ed. Zanichelli.

Borgosesia 29/05/2023

I docenti:

Elisabetta Cereti

Laura Danini

I rappresentanti degli studenti:

Lorenzo Corvo

Leonardo Varzi
