

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI TERAMO

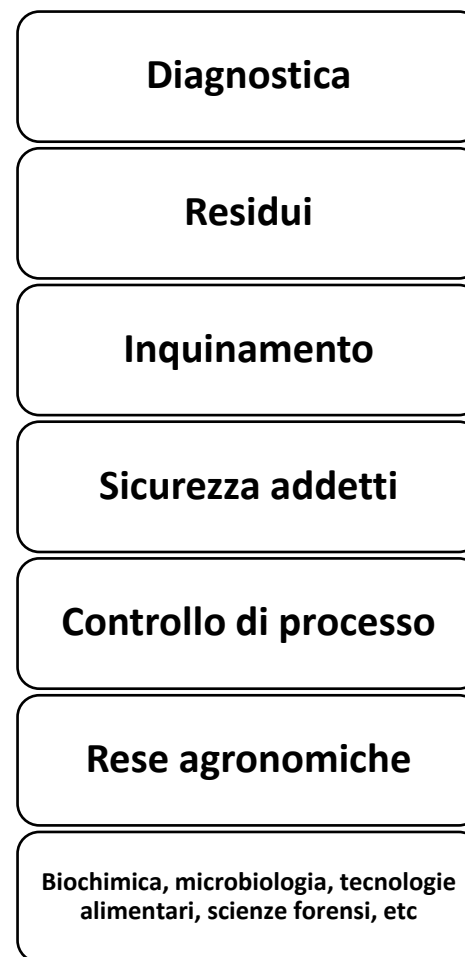
**Intensificazione sostenibile delle produzioni
ortofrutticole di qualità - 1° anno**

**Elementi di chimica analitica del
suolo e dei fitofarmaci (4 CFU)**

Prof. Marcello Mascini

mmascini@unite.it

Ruolo della Chimica Analitica



CHIMICA ANALITICA

E' una disciplina scientifica che sviluppa ed applica metodi, strumenti e strategie per ottenere informazioni sulla composizione e natura della materia nello spazio e nel tempo. [Euroanalysis VII, 1993, Edinburgh, UK]

Identificazione, caratterizzazione chimico-fisica e determinazione qualitativa e quantitativa dei componenti di un determinato campione

- *analisi qualitativa*: rivela la presenza e l'identità chimica dell'analita in un campione
- *analisi quantitativa*: stabilisce in termini numerici la quantità di uno o più analiti in un campione

STRUTTURA DEL CORSO

• I UD

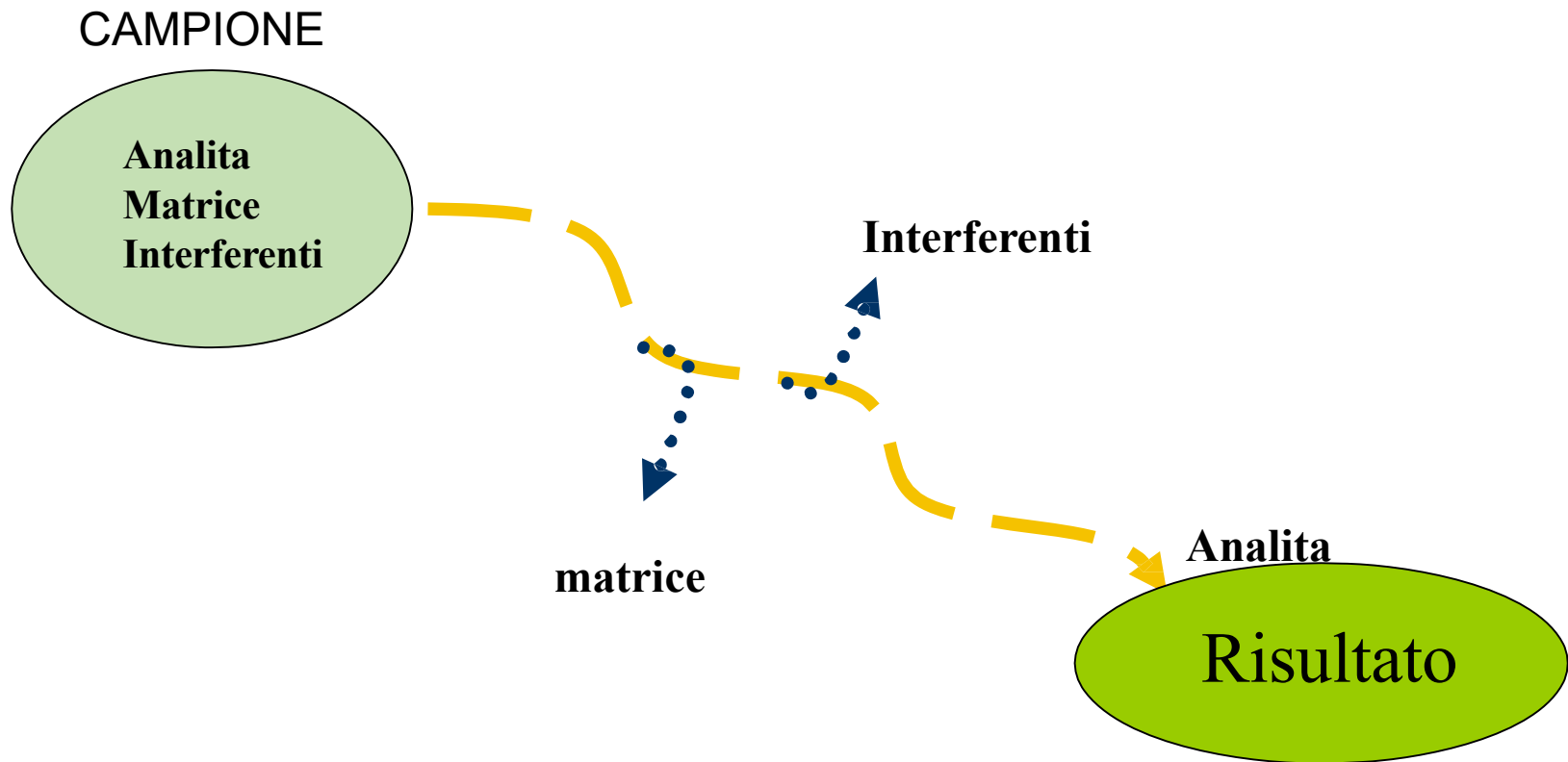
- **Statistica**
 - L'errore in Chimica Analitica
 - Accuratezza e precisione
- **Equilibrio chimico**
 - Equilibri in soluzione
 - Solubilità
 - Complessi
- **Analisi volumetrica**
 - Titolazioni Acido base
 - Titolazioni Redox

• II UD

- **Potenziometria.**
 - Elettrodi di riferimento
 - Elettrodi selettivi
 - Determinazione del pH;
- **Spettroscopia**
 - UV/Vis
 - Infrarosso
- **Cromatografia.**
 - Tecniche di separazione.
 - GC e HPLC.
 - Accoppiamento con MS
- **Campioni reali**
 - matrici ed interferenti.
 - Esempi di analisi di fitofarmaci con tecniche separative: pesticidi organofosforici e carbammici, piretroidi

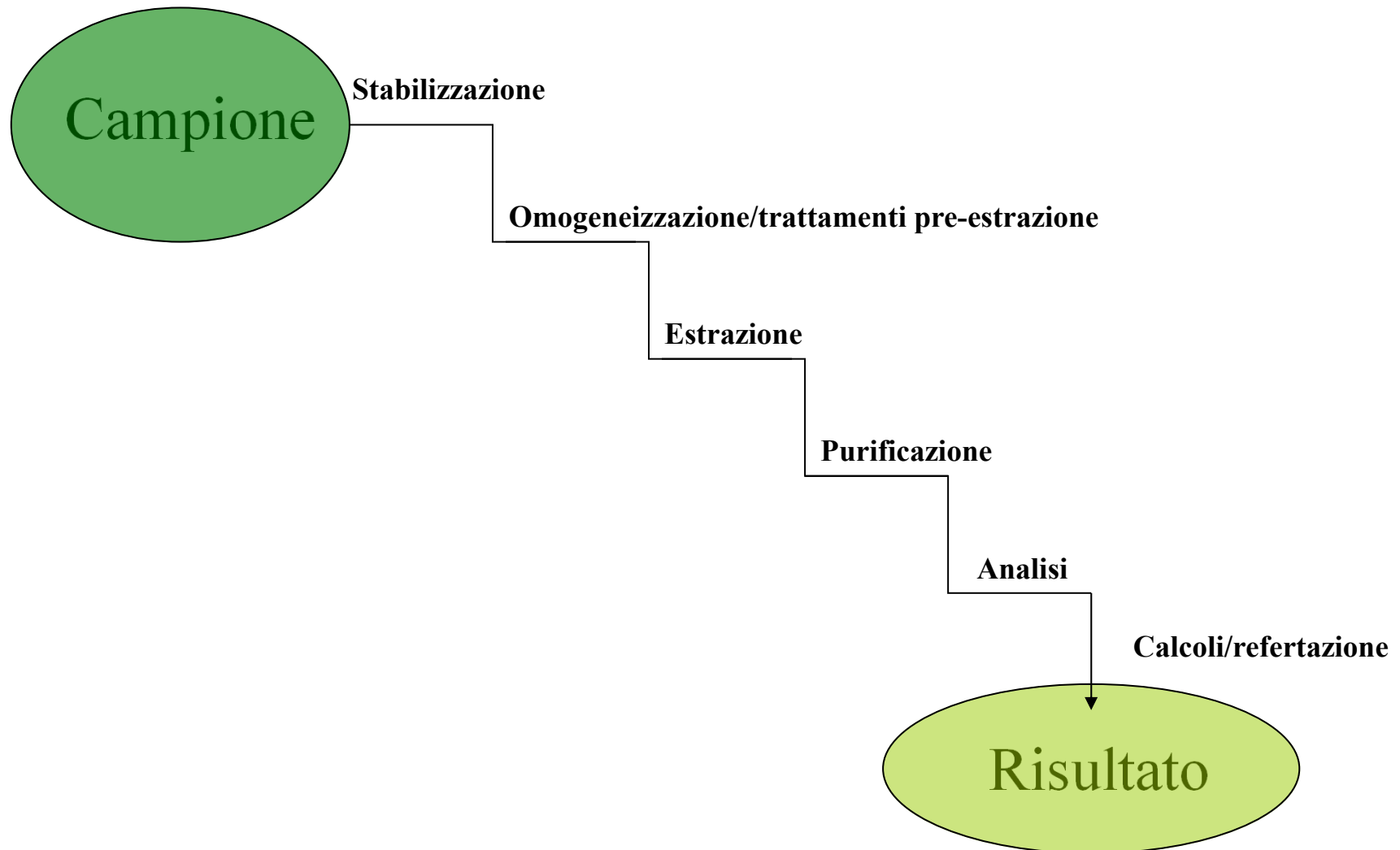
IL PROCESSO ANALITICO:

DAL CAMPIONE AL RISULTATO



IL PROCESSO ANALITICO:

DAL CAMPIONE AL RISULTATO



ALCUNE DEFINIZIONI...

- **TECNICA** insieme di principi teorici ed accorgimenti sperimentali che permettono di utilizzare un principio fondamentale per ottenere informazioni sulla natura di un campione
- **METODO (ANALITICO)** applicazione di una tecnica ad un problema specifico. Ve ne sono di standard (ASTM, NIST, IUPAC, NBS, UNICHIM...)
- **PROCEDURA** insieme di istruzioni di base necessarie per utilizzare il metodo
- **PROTOCOLLO** insieme di istruzioni dettagliate da seguire rigidamente perché il risultato possa essere accettato
- **MISURA** informazione data da NUMERO+INCERTEZZA+UNITÁ DI MISURA
- **MISURAZIONE** insieme di operazioni materiali e di calcolo per assegnare la misura al sistema misurato

Sistema SI

Lunghezza - metro - m

Massa - chilogrammo - kg

Tempo - secondo - s

Corrente elettrica - Ampère - A

Temperatura - Kelvin - K

Quantità di materia - mole - mol

Intensità luminosa - candela - cd

Multipli delle Unità SI

Fattore	Prefisso	Simbolo
10^{18}	Exa	E
10^{15}	Peta	P
10^{12}	Tera	T
10^9	Giga	G
10^6	Mega	M
10^3	Chilo	K

10^{-3}	milli	m
10^{-6}	micro	μ
10^{-9}	nano	n
10^{-12}	pico	p
10^{-15}	femto	f

CHIMICA ANALITICA

Analisi qualitativa

Analisi quantitativa

**Procedimento
Analitico:**

- Definizione del problema (selezione del metodo)
- Campionamento
- Pretrattamento del campione
- Misura
- Presentazione dei dati
- Controllo di qualità del dato

Definizione del problema

Informazione richiesta, sensibilità del metodo, accuratezza e precisione dell'analisi, tipo di matrice, probabili interferenze, in che tempi è necessario dare il risultato, quanti campioni vanno analizzati, quali sono i metodi disponibili, costo per analisi

Campionamento

Il tipo di campione dipende dall'informazione necessaria, il campionamento deve produrre un campione **rappresentativo** della intera massa di campione (p.es. cereali o acqua di lago) alcune volte è richiesto un tipo particolare di campione per l'analisi (p.es. prelievo del sangue a digiuno)

Pretrattamento del campione

Prevede molto spesso una separazione per rendere il campione fisicamente disponibile per la misura e per eliminare possibili interferenze.

Misura

I metodi si dividono in strumentali e non. Ognuno ha le sue caratteristiche tipiche di sensibilità, selettività, accuratezza precisione e rapidità. La selezione di una tecnica dipende anche dal tipo di esperienza dell'analista. La maggior parte dei metodi strumentali sono relativi, si servono cioè di **standards** per la costruzione di curve di lavoro.

Presentazione dei dati

Dipende dal tipo di richiesta e di analisi

Controllo di qualità del dato

E' necessario avvalersi di sistemi di controllo di qualità del dato sia che la procedura venga effettuata saltuariamente sia che sia di routine

Metodi analitici

Assoluti

Sono i metodi che esprimono una misurazione di una grandezza fisica fondamentale o derivato dalle fondamentali mediante equazioni

Es. metodi gravimetrici, coulombometrici

Relativi

A questi appartengono la maggioranza dei metodi analitici

Si deve confrontare la risposta dei campioni con quelle di materiali aventi determinate caratteristiche (standards, MCR).

E' necessario effettuare una TARATURA dello strumento.

Tipologie Strumentali

- Nel controllo di processi (industriali) lo sviluppo tecnologico e la ricerca applicata è maggiormente centrata sui sensori (varie tipologie)
- Per il controllo di sostanze nocive ai sensori vengono affiancate anche tecniche strumentali più complesse, che consentono di ottenere maggiori informazioni quali-quantitative, con la possibilità di valutare quantità molto piccole
- Questa caratteristica è molto importante in quanto alcune sostanze hanno una tossicità elevata già a bassissime concentrazioni (pesticidi, endocrines disruptor...)

METODI ANALITICI

Gravimetrici	Volumetrici	Elettroanalitici	Spettroscopici	Cromatografici	Miscellanea di altri
Si determina una massa	Si determina un volume (di "titolante" che reagisce con l'analita)	Si osservano proprietà elettriche (potenziale E , corrente I , carica Q , resistenza R)	Si segue l'assorbimento o l'emissione di una radiazione	Si separano miscele nei loro componenti sfruttandone la diversa affinità per una fase stazionaria ed una fase mobile	Spettroscopia di massa Velocità di decadimento radioattivo Calore di reazione Velocità di reazione, Conducibilità termica, Attività ottica, Indice di rifrazione...

VALUTAZIONE DEI DATI

A qualsiasi tipo di misura di una grandezza fisica è associato un errore.

E' necessario conoscere:

- il grado di incertezza del risultato della misura e quindi la sua attendibilità;
- le relazioni tra l'incertezza della singola misura effettuata durante un esperimento e l'affidabilità del risultato finale.

Nessun risultato quantitativo ha significato se non è accompagnato da una stima dell'errore inerente alla misura effettuata.