

# SCIENZE AMBIENTALI (LM60)

(Lecce - Università degli Studi)

## Insegnamento CHIMICA ANALITICA DELLE MATRICI AMBIENTALI

GenCod A004539

Docente titolare Cosimino MALITESTA

**Insegnamento** CHIMICA ANALITICA DELLE MATRICI AMBIENTALI

**Insegnamento in inglese** ANALYTICAL CHEMISTRY OF ENVIRONMENTAL

**Settore disciplinare** CHIM/01

**Corso di studi di riferimento** SCIENZE AMBIENTALI

**Tipo corso di studi** Laurea Magistrale

**Crediti** 6.0

**Ripartizione oraria** Ore Attività frontale: 52.0

**Per immatricolati nel** 2022/2023

**Erogato nel** 2023/2024

**Anno di corso** 2

**Lingua**

**Percorso** VALUTAZIONE DI IMPATTO E MONITORAGGIO AMBIENTALE

**Sede** Lecce

**Periodo** Secondo Semestre

**Tipo esame** Orale

**Valutazione**

**Orario dell'insegnamento**

<https://easyroom.unisalento.it/Orario>

### BREVE DESCRIZIONE DEL CORSO

- Il ruolo della Chimica Analitica nella formazione del laureato nelle Scienze Ambientali.
  - Il controllo e l'assicurazione di qualità nella Chimica Analitica delle Matrici Ambientali.
  - Campionamento in Chimica Analitica delle Matrici Ambientali. Relazione con gli altri step del processo analitico.
  - Conservazione e trattamento del campione.
  - Selezione di metodiche d'analisi di routine per gli inquinanti nei vari comparti ambientali con cenni all'approccio seguito nella relativa normazione in campo nazionale ed internazionale.
  - Speciazione. Elementi di chemiometria.
  - Selezione di metodologie analitiche avanzate d'applicazione nella Chimica Analitica delle Matrici Ambientali tra le quali quelle basate sui sensori chimici, di cui si illustrano i concetti base ed alcune applicazioni specifiche.
  - Selezione di tematiche emergenti tra le quali la caratterizzazione analitica di micro- e nano-plastiche.
- Esercitazioni

### PREREQUISITI

I prerequisiti sono posseduti da coloro che superano la prova d'ammissione. Si potrà prevedere il richiamo di concetti di chimica analitica di base a fronte di studenti con una limitata formazione di primo livello in chimica.

Non sono previste propedeuticità.

---

## OBIETTIVI FORMATIVI

### Conoscenze e comprensione

L'insegnamento si propone di illustrare il processo analitico nel caso di matrici di interesse ambientale, con l'introduzione a tutti i suoi aspetti specifici (campionamento, trattamento del campione, ecc.), alle relative problematiche ed alla valutazione dell'incertezza del risultato. Oltre alle metodologie che hanno trovato accoglimento nella legislazione, viene illustrata una selezione di metodologie innovative, che promettono di passare dai laboratori di ricerca a quelli di controllo.

### Capacità di applicare conoscenze e comprensione

Capacità di formulare correttamente la domanda di attività di analisi chimica al professionista incaricato e di controllare le sue scelte in relazione al rapporto obiettivi di qualità del dato/costi

### Autonomia di giudizio

Capacità di valutare le metodologie analitiche più idonee a concorrere alla soluzione del problema ambientale che si sta affrontando.

### Abilità comunicative

Capacità di descrivere le principali metodologie analitiche d'applicazione nel campo ambientale.

### Capacità di apprendimento

Capacità di comprendere gli aspetti essenziali dei metodi d'analisi prescritti da nuove norme di Legge.

L'insegnamento si propone anche di contribuire all'acquisizione di competenze trasversali, come la capacità di risolvere problemi e la capacità di analizzare e sintetizzare.

---

## METODI DIDATTICI

Sono previsti per l'insegnamento:

4 CFU di lezioni frontali (32 ore) e 2 CFU di attività di laboratorio ed esercitazioni (20 ore).

La lezione frontale viene tenuta di norma con l'ausilio di presentazioni PowerPoint.

---

## MODALITA' D'ESAME

L'esame è integrato con quello di Chimica Fisica dei Sistemi Ecologici (CFSE).

L'esame, orale, inizia con la discussione delle relazioni scritte relative alle esercitazioni di Chimica Analitica delle Matrici Ambientali (CAMA), per verificare il raggiungimento dei relativi risultati di apprendimento previsti. Consta poi di due o tre quesiti principali di CAMA e di uno o due quesiti di CFSE. Saranno valutate la conoscenza e la padronanza degli argomenti, la correttezza del linguaggio tecnico utilizzato, nonché la capacità di cogliere le relazioni tra argomenti diversi. La votazione è espressa in trentesimi con l'aggiunta eventuale della lode.

La forma orale indirizza lo studente verso l'abitudine a formulare risposte puntuali e coerenti con il problema posto aiutandolo a seguire un percorso logico come conseguenza dell'interazione continua con la commissione attraverso le richieste di chiarimento sul pensiero esposto.

---

## APPELLI D'ESAME

Il calendario esami è consultabile al seguente link:  
[https://easytest.unisalento.it/Calendario/Dipartimento\\_di\\_Scienze\\_e\\_Tecnologie\\_Biologiche\\_ed](https://easytest.unisalento.it/Calendario/Dipartimento_di_Scienze_e_Tecnologie_Biologiche_ed)

### **Ricevimento**

Il ricevimento si tiene presso lo studio del docente (Laboratorio di Chimica Analitica, primo piano, palazzina A6 - DiSTeBA) per appuntamento da concordare di persona o per e-mail.

### **Tutoraggio**

Il docente è tutor degli studenti riportati al seguente link: <https://www.scienzefn.unisalento.it/web/834089/1088>, che saranno ricevuti presso lo studio del docente (Laboratorio di Chimica Analitica, primo piano, palazzina A6 - DiSTeBA) per appuntamento da concordare di persona o per e-mail

### **Informazioni sul materiale didattico**

#### ***Studenti frequentanti***

La presentazione Power Point (pdf) sarà messa a disposizione, dopo ciascuna lezione, in una cartella condivisa di Google Drive, comunicata durante la prima lezione, accessibile con il proprio indirizzo @studenti.unisalento.it. Per agevolare lo studente saranno messe a disposizione fin dall'inizio le presentazioni dell'aa precedente, con l'avvertenza che modifiche, anche significative, potrebbero essere apportate nell'aa corrente. Le presentazioni non sostituiscono la frequenza delle lezioni e delle esercitazioni, ma possono rappresentare, se utilizzate insieme agli appunti personali presi durante la presentazione ed all'eventuale consultazione dei testi consigliati, un utile ausilio nella preparazione dell'esame, che si può sostenere anche senza utilizzarle.

#### ***Studenti non frequentanti le lezioni***

Non è prevista la messa a disposizione di materiale didattico aggiuntivo rispetto all'indicazione dei testi consigliati.

### **Breve curriculum del Prof. Malitesta in relazione all'insegnamento**

Il Prof. Malitesta vanta una lunga esperienza didattica in Chimica Analitica essendo stato nel settore ricercatore sin dal 1988 e professore (prima associato e poi ordinario) dal 1992. Ha maturato una particolare competenza nell'insegnamento della disciplina nei corsi di laurea delle scienze ambientali avendovi tenuto l'insegnamento di Chimica Analitica, sempre corredandolo di una consistente attività esercitazionale in laboratorio, prima in altre sedi e dalla sua attivazione (più di 20 anni) a Lecce.

L'attività di ricerca del Prof. Malitesta si svolge interamente nel settore della Chimica Analitica e si sviluppa secondo diverse linee. Alcune di queste sono dedicate al campo delle scienze ambientali e rappresentano un insostituibile supporto all'attività didattica. Vi è in particolare da segnalare lo sviluppo di sensori chimici e biosensori per la determinazione di inquinanti ( atrazine, metalli pesanti, bisfenolo, acidi organici alogenati, residui di antibiotici, PFAS, nano/microplastiche, ecc.) e di metodi di pretrattamento/remediation (estrazione di diossina in fase solida mediante l'utilizzo di polimeri a stampo molecolare, estrazione in solvente assistita da microonde per pesticidi fosforati, rimozione di inquinanti oleosi, fenoli) d'applicazione in matrici ambientali complesse. In tempi recenti l'attività ha riguardato anche l'indagine ambientale di regioni remote come l'Antartide, la caratterizzazione, anche XPS, di particolato atmosferico. Molte delle attività descritte rientrano nella Chimica Sostenibile.

Una selezione delle pubblicazioni scientifiche del Prof. Malitesta può essere consultata alla pagina web: <http://orcid.org/0000-0002-3547-210X>.

Presentazione della disciplina, del programma e delle modalità d'esame. Il ruolo della Chimica Analitica delle Matrici Ambientali nel CdLM in Scienze Ambientali. Richiami sui fondamenti di Chimica Analitica

Qualità nel processo analitico. Sistema della qualità. Assicurazione di qualità nel processo analitico. Accreditemento. Validazione. Accuratezza. Precisione. Linearità. Selettività. Robustezza. Controllo della qualità: carte di controllo. LOD (falsi positivi e falsi negativi) e LOQ.

Fondamenti del campionamento ambientale. Relazione con le altre fasi del processo analitico. Piano di campionamento. Distribuzioni spaziali di variabili ambientali. Modelli sperimentali per l'estrazione di campioni. Campionamento casuale semplice. Campionamento casuale stratificato. Campionamento sistematico. Stima del numero minimo e della dimensione dei campioni. Test per stabilire se la popolazione è ben mescolata o segregata. Stima della dimensione del campione per una popolazione ben mescolata. Stima del numero e dimensione dei campioni per una popolazione segregata. Approccio di Visman. Stima del numero di campioni per la valutazione di distribuzioni spaziali. Semivariogramma e metodo di Kriging. Glossario del campionamento. Omogeneizzazione del campione di laboratorio. Composizione di campioni. Contributi tipici della varianza di campionamento e dell'analisi alla varianza totale. Campionamento: problemi collegati ai dispositivi di campionamento. Modifiche indotte dal campionatore. Modifiche all'interno del campionatore. Contaminazione dal campionatore. Materiali per i contenitori di campioni. Conservazione dei campioni: additivi chimici, controllo della temperatura, ecc.. Holding time.

Aspetti pratici del campionamento ambientale. Campionamento di aria. Atmosfera: campionamento della fase gas. Inorganici. Organici: VOC e SOC. Campionamento della fase particellare. Frazione respirabile, toracica e inalabile. Campionatori dell'aerosol atmosferico: singolo stadio, dicotomo, impattore a cascata. Campionamento di deposizioni umide e secche. Atmosfera dei luoghi di lavoro. Campionatori in sede fissa e personali. Campionamento di sorgenti fisse. Campionamento di sorgenti mobili: emissioni da autoveicoli. Campionamento di acque. Acque superficiali e industriali. Campionamento di acque di falda. Sedimenti. Ghiacci e nevi. Campionamento di suolo. Fase solida. Fase liquida (soil solution). Fase gas.

Clean-up e preconcentrazione di campioni ambientali. Matrici acquose. Rimozione del solvente. Estrazione (liquido-liquido) con solvente. Estrazione in fase solida. Microestrazione in fase solida. Precipitazione ed elettrodeposizione. Cenni di ASV. Pretrattamento di campioni d'aria. Trappole adsorbenti. Purge and trap. Trappole fredde e criogeniche. Derivatizzazione. Pretrattamento di campioni solidi (suolo, PM). Estrazione in Soxhlet. Estrazione mediante ultrasuoni. Estrazione mediante liquidi pressurizzati. Estrazione in fluido supercritico.

Determinazione di inquinanti gassosi in aria. Richiami di composizione e caratteristiche dell'atmosfera. Hazardous air pollutants: classificazione, caratteristiche, tempi di vita. Scala locale e scala globale. Gas serra e misure sui ghiacci perenni. Misure basate su metodi spettroscopici. LIDAR. Determinazione di inquinanti gassosi inorganici e organici correlati. Introduzione alla spettroscopia infrarossa. CO: determinazione mediante spettroscopia infrarossa non-dispersiva. CO: analizzatori elettrochimici. CO, CH<sub>4</sub>, idrocarburi totali: determinazione FID e GC-FID. Sonda potenziometrica per CO<sub>2</sub>. Composti dello zolfo. Rivelatore a fotometria di fiamma (FPD) per SO<sub>2</sub>. Determinazione per fluorescenza di SO<sub>2</sub>. Determinazione coulometrica di SO<sub>2</sub>. Rivelatore per chemiluminescenza dello zolfo. Composti dello zolfo ridotto. Composti dell'azoto. Determinazione di NO ed NO<sub>2</sub> per chemiluminescenza, per via elettroanalitica e spettrofotometrica. Determinazione di NH<sub>3</sub> in campioni di aria. Determinazione dell'ozono in campioni d'aria.

Determinazione di inquinanti organici gassosi in aria. Generalità sui VOC: OX, TOX, STRAT, CLIM, FORM. SVOC. GC di VOC. GC bidimensionale. VOC: fasi stazionarie e detector per GC.

Classificazioni degli inquinanti inorganici delle acque. Caratterizzazione delle acque con parametri non sostanza-specifici: solidi totali, solidi sospesi, disciolti, sedimentabili, volatili. Potenziale redox, pH, acidità e alcalinità. Durezza, conducibilità elettrica, acidità, alcalinità. Tecniche analitiche per la determinazione di metalli in tracce. CVAAS e HGAAS. Determinazioni di anioni. Nitriti e nitrati. Fosfati, cianuri. Solfuri, solfati, tiosolfati, cloruri, silicati, fluoruri. Determinazione di gas disciolti. Cloro:

cloro residuo e clorammine, ammoniaca, ossigeno (metodo di Winkler, elettrodo di Clark), ozono. FIA.

Determinazione di inquinanti organici in matrici acquose. Generalità. Inquinanti organici prioritari EPA. Parametri collettivi di inquinanti organici. BOD5, COD. TOC. Determinazione IR di idrocarburi totali. Determinazioni di singoli inquinanti organici in matrici acquose. Elettroforesi capillare e cromatografia elettrocinetica micellare: generalità e applicazione alla determinazione di PAH, pesticidi, ecc. Determinazione di fenoli. Metodo colorimetrico con la 4-aminoantipirina per i fenoli totali. Tensioattivi e metodo colorimetrico con il blu di metilene.

Caratterizzazione chimica del particolato atmosferico. Classificazione dimensionale. Particolato naturale e antropogenico. Particolato primario e secondario. Distribuzione spaziale delle specie chimiche nelle particelle. Elementi in tracce (metalli pesanti). NAA, XRF. Richiami di spettroscopia atomica: ETA-AAS, ICP-AES). Cenni di ICP-MS. Le interferenze isobariche. Organic particulate matter. Carbonio totale, OC, CC, EC. IPA, pesticidi clorurati, PCB, diossine e dibenzofurani. Richiami sugli analizzatori di MS. Determinazione di diossine e dibenzofurani-problemi analitici relativi al miglioramento della selettività e LOD/LOQ. Identificazione mediante l'uso dei picchi isotopici. Cenni all'analisi delle diossine e HRMS. Cenni di analisi per diluizione isotopica. MS/MS.

Speciazione nell'analisi ambientale: necessità. Fattori che influenzano la speciazione. Il problema analitico della speciazione. Metodi sperimentali e computazionali. Metodi sperimentali di speciazione: diretti o con separazione. Tecniche specie-specifiche: ISE, spettroscopia elettronica. Metodi di separazione off-line: setacciatura, centrifugazione, ultrafiltrazione, dialisi, scambio ionico, estrazione con solvente. Tecniche ifenate (separazione on-line): tecniche separative-spettroscopie atomiche. Metodi cinetici di speciazione. ASV e frazione labile. Metodi basati su equilibri in competizione. Comparazione con metodi biologici per la frazione tossica.

Caratterizzazione analitica di microplastiche e nanoplastiche.

Cenni di chemiometria e applicazione alla Chimica Analitica delle Matrici Ambientali. Analisi delle componenti principali. Analisi di raggruppamento (cluster analysis)

Generalità sui sensori chimici. Classificazione dei sensori: per elemento di riconoscimento(biosensori), per trasduttore (elettrochimici, ottici). Esempi di applicazioni di biosensori nel monitoraggio ambientale. Elementi artificiali di riconoscimento: MIP. Applicazioni ai sensori biomimetici dei MIP in campo ambientale. Trend nello sviluppo di sensori per il campo ambientale.

I metodi analitici per il controllo ambientale nelle disposizioni regolatorie (ambito nazionale, europeo, internazionale).

Esercitazioni di laboratorio con applicazione di metodi statistici all'elaborazione dei dati ottenuti in

---

## TESTI DI RIFERIMENTO

### Testi consigliati per la consultazione

- Fundamentals of environmental sampling and analysis, Chunlong Zhang, Wiley (2007)
- Environmental Analytical Chemistry, F. W. Fifield and P. J. Haines. Blackwell Science ( 2000)
- Environmental Analytical Chemistry, D. Pérez-Bendito S. Rubio, Elsevier (1998)
- Introduction to Environmental Analysis, Roger N. Reeve, J. WILEY (1994)
- Environmental Trace Analysis, John R. Dean, Wiley (2014)
- Analytical Chemistry, R.Kellner e altri (editori), Wiley-VCH (1998)