

## Tecniche separative e loro applicazioni

*Separative techniques and their applications*

|               |           |               |          |
|---------------|-----------|---------------|----------|
| <b>A.A.</b>   | 2025/2026 | <b>CdS</b>    | LM       |
| <b>Codice</b> | 8067854   | <b>Canale</b> | unico    |
| <b>CFU</b>    | 6         | <b>Lingua</b> | Italiano |

### DOCENTE RESPONSABILE

Laura Micheli

### OBIETTIVI FORMATIVI

|                 |   |
|-----------------|---|
| <b>Italiano</b> | <p><b>OBIETTIVI FORMATIVI:</b><br/>Le Scienze delle separazioni trovano ampio uso in tutte le scienze chimiche e biologiche e in molte aree dell'ingegneria. Le scienze delle separazioni riguardano lo studio di processi fondamentali e di materiali per la separazione e la successiva determinazione di molecole specifiche, generalmente da matrici complesse di diversa natura (ambientale, alimentare, biologica, farmaceutica, industriale, etc.). Le scienze delle separazioni consentono di incrementare la nostra conoscenza sulla composizione di materiali e su processi fondamentali nel campo chimico, biologico, ambientale e tecnologico.</p> <p><b>CONOSCENZA E CAPACITÀ DI COMPrensIONE:</b><br/>Al termine del modulo, lo studente ha le basi teoriche e strumentali per l'impiego delle tecniche e metodologie analitiche separative, in particolar modo quelle cromatografiche. Lo studente sa scegliere le metodologie e tecniche strumentali più appropriate per affrontare problemi di chimica analitica, sa operare nel laboratorio di chimica analitica per pianificare ed applicare la corretta procedura, sa individuare i punti critici per l'ottimizzazione della procedura analitica. Inoltre, lo studente saprà elaborare i risultati sperimentali e riportarli in una relazione tecnico-scientifica.</p> <p>Inoltre, con riferimento ai Descrittori di Dublino, questo corso contribuisce ad acquisire le seguenti competenze trasversali:</p> <p><b>CAPACITÀ DI APPLICARE CONOSCENZA E COMPrensIONE:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>o capacità di ragionamento induttivo e deduttivo;</li> <li>o capacità di capire i principi e i metodi sui quali è basata la separazione dei composti organici ed inorganici;</li> <li>o capacità di capire i principi e i metodi sui quali è basata l'identificazione dei composti in esame mediante rivelazione Uv-vis, fluorescenza, spettrometria di massa;</li> <li>o capacità di individuare la tecnica più opportuna per l'isolamento di composti organici ed inorganici presenti nel campione;</li> <li>o capacità di identificare un composto mediante lo studio dei risultati ottenuti in cromatografia.</li> </ul> <p><b>AUTONOMIA DI GIUDIZIO:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>o capacità di ragionamento critico;</li> <li>o capacità di prevedere il risultato di una separazione cromatografica;</li> <li>o capacità di prevedere il risultato dell'utilizzo di una particolare tecnica separazione e cromatografica.</li> </ul> <p><b>ABILITÀ COMUNICATIVE:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>o capacità di ragionamento critico;</li> <li>o capacità di prevedere il risultato di una separazione cromatografica;</li> </ul> |
|-----------------|---|

|         |  |
|---------|--|
|         | <p>o capacità di prevedere il risultato dell'utilizzo di una particolare tecnica separazione e cromatografica.</p> <p><b>CAPACITÀ DI APPRENDIMENTO:</b><br/>La capacità di descrivere in forma orale, con proprietà di linguaggio e rigore terminologico il risultato di una procedura di separazione e di analisi cromatografica.</p>   |
| Inglese | <p><b>LEARNING OUTCOMES:</b><br/><i>Separation sciences are widely used in all chemical and biological sciences and in many areas of engineering. Separation sciences concern the study of fundamental processes and materials for the separation and subsequent determination of specific molecules, generally from complex matrices of different nature (environmental, food, biological, pharmaceutical, industrial, etc.). Separations sciences allow us to increase our knowledge of the composition of materials and fundamental processes in the chemical, biological, environmental and technological fields.</i></p> <p><b>KNOWLEDGE AND UNDERSTANDING</b><br/><i>At the end of the module, the student has the theoretical and instrumental basis for the use of separative analytical techniques and methodologies, especially chromatographic ones. The student knows how to choose the most appropriate methodologies and instrumental techniques to address analytical chemistry problems, knows how to operate in the analytical chemistry laboratory to plan and apply the correct procedure, knows how to identify the critical points for the optimization of the analytical procedure. Furthermore, the student will be able to process the experimental results and report them in a technical-scientific report.</i></p> <p><i>Furthermore, with reference to the Dublin Descriptors, this course contributes to acquiring the following transversal skills:</i></p> <p><i>Knowledge and understanding</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><i>o inductive and deductive reasoning ability;</i></li> <li><i>o ability to understand the principles and methods on which the separation of organic and inorganic compounds is based;</i></li> <li><i>o ability to understand the principles and methods on which the identification of the compounds under examination is based through UV-vis detection, fluorescence, mass spectrometry;</i></li> </ul> <p><b>ABILITY TO APPLY KNOWLEDGE</b><br/><i>The ability to identify the most appropriate technique for the isolation of organic and inorganic compounds present in the sample;</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><i>o ability to identify a compound by studying the results obtained in chromatography.</i></li> </ul> <p><b>AUTONOMY OF JUDGEMENT</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><i>o critical reasoning skills;</i></li> <li><i>o ability to predict the result of a chromatographic separation;</i></li> <li><i>or ability to predict the outcome of using a particular separation and chromatographic technique.</i></li> </ul> <p><b>COMMUNICATION SKILLS</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><i>o ability to describe in oral form, with good language and terminological rigour, the result of a separation and chromatographic analysis procedure.</i></li> </ul> |

## PREREQUISITI

|          |   |
|----------|---|
| Italiano | <p>lo studente che accede a questo insegnamento deve essere in possesso di una buona preparazione nei fondamenti della chimica analitica, chimica organica ed inorganica e della chimica fisica maturata durante la laurea triennale.</p> |
|----------|---|

|         |   |
|---------|---|
| Inglese | <i>the student who accesses this course must have a good preparation in the fundamentals of analytical, organic and inorganic chemistry and physical chemistry gained in the courses of the previous semesters.</i> |
|---------|---|

## PROGRAMMA

|          |   |
|----------|---|
| Italiano | <p>Il corso prevede che lo studente che accede a questo insegnamento deve essere in possesso di una buona preparazione nei fondamenti della chimica analitica e della chimica fisica maturata nei corsi della laurea triennale.</p> <p>Il corso sarà articolato nel seguente modo: introduzione al corso (2 ore); parte introduttiva e ripasso di concetti di equilibrio tra fasi, spettroscopia analitica, fluorescenza, spettroscopia di massa in quanto legati ai rivelatori che vengono utilizzati per la cromatografia, già affrontati durante il corso di laurea triennale (12 ore); introduzione alle tecniche separative e loro approfondimento (20 ore); campionamento e trattamento dei campioni (liquidi, solidi e gassosi) (6 ore); analisi dei dati e validazione dei risultati ottenuti (8 ore).</p> <p>Programma in dettaglio:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Presentazione del corso (2 ore).</li> <li>- Principi di spettroscopia analitica (8 ore). Spettri di assorbimento ed emissione, atomici e molecolari. Analisi qualitativa e quantitativa in spettroscopia analitica. Legge di Lambert-Beer: derivazione, deviazioni dalla linearità. Misura dell'assorbanza, Errori nelle misure di assorbanza. Spettroscopia di emissione: fotoluminescenza, chemiluminescenza.</li> <li>Aspetti strumentali in spettroscopia analitica: sorgenti; selettori di lunghezza d'onda: filtri, sistemi di selezione della lunghezza d'onda, monocromatori a prisma e reticolo. Banda passante. Rivelatori: a fototubo, fotomoltiplicatore, a serie di diodi. Spettrofotometri monoraggio, doppio raggio in tempo o spazio, riduzione del rumore mediante chopper. Rivelatori spettrofotometrici per cromatografia liquida.</li> <li>- Caratteristiche fondamentali della spettroscopia atomica (6 ore) . Aspetti strumentali: sorgenti (lampada catodo cavo), atomizzatori (fiamma, fornetto, plasma), correzione del fondo (con chopper).</li> <li>- Tecniche separative . Principi di cromatografia. Il picco cromatografico. Tempo di ritenzione. Piatti teorici. Efficienza separativa e fattori influenzanti. Misura dell'efficienza. Fattore di capacità. Selettività. Risoluzione e dipendenza dalla selettività ed efficienza. Espressione della risoluzione. Equazione di van Deemter e dipendenza dei relativi termini dalle condizioni sperimentali e strumentali. Deviazioni dalla linearità nella isoterma di distribuzione. Fattore di capacità. Selettività, risoluzione, simmetria dei picchi. Efficienza di una colonna cromatografica e piatto teorico. Migrazione differenziale degli analiti e allargamento della banda cromatografica: percorsi multipli (effetto Eddy), diffusione longitudinale, trasferimento di massa in fase mobile, fase mobile stagnante e fase stazionaria. Equazione di Van Deemter. Allargamento delle banda non dovuto alla colonna.</li> <li>- Cromatografia liquida di adsorbimento (liquido/solido, LS). Cromatografia liquida a pressione atmosferica su colonna (LPC) e cromatografia su strato sottile (TLC). Descrizione del sistema cromatografico a pressione atmosferica.</li> <li>- Cromatografia liquida ad alta prestazione su colonna (HPLC).</li> <li>Caratteristiche delle fasi stazionarie utilizzate in HPLC in fase normale (liquido/solido) e in HPLC in fase inversa (RPHPLC, liquido/liquido). descrizione del sistema cromatografico ad alte prestazioni. La valvola di iniezione del campione ("loop"). Le pompe: pompa a siringa, a pistone singolo, pompa reciprocate a doppio pistone. Smorzatori di pressione (dampers). Fasi mobili per HPLC: proprietà fisiche, potere eluente e selettività. Preparazione della fase mobile: anidrifcazione, filtrazione e degassaggio. Preparazione del campione. Fas</li> </ul> <p>Classificazione delle tecniche cromatografiche:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Cromatografia liquida di adsorbimento (liquido/solido, LS). Cromatografia liquida a pressione atmosferica su colonna (LPC) e cromatografia su strato sottile (TLC). Descrizione del sistema cromatografico a pressione atmosferica.</li> <li>- Cromatografia liquida ad alta prestazione su colonna (HPLC).</li> </ul> |
|----------|---|



|         |   |
|---------|---|
|         | <p>Caratteristiche delle fasi stazionarie utilizzate in HPLC in fase normale (liquido/solido) e in HPLC in fase inversa (RPHPLC, liquido/liquido). descrizione del sistema cromatografico ad alte prestazioni. La valvola di iniezione del campione ("loop"). Le pompe: pompa a siringa, a pistone singolo, pompa reciprocata a doppio pistone. Smorzatori di pressione (dampers). Fasi mobili per HPLC: proprietà fisiche, potere eluente e selettività. Preparazione della fase mobile: anidificazione, filtrazione e degasaggio. Preparazione del campione. Fase mobile e fase stazionaria. Esempi di separazione di composti organici mediante HPLC in fase normale e inversa. Ottimizzazione delle condizioni cromatografiche. Rivelatori per cromatografia liquida. Proprietà generali: (limite di rivelazione (LOD), range dinamico lineare (LDM). Rivelatori: UV-VIs, Diode array, indice di rifrazione, fluorescenza. spettrometro di massa.</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- Cromatografia ad esclusione molecolare. Principi. Fasi stazionarie e fasi mobili. esempi di separazione di biopolimeri.</li><li>- Cromatografia a scambio ionico. Principi. Fasi mobili e fasi stazionarie. esempi di separazione di composti organici. L'analizzatore di amminoacidi.</li><li>- Cromatografia di affinità. Principi. Fase mobile e fase stazionaria. Cromatografia di affinità colorante proteina per la purificazione delle proteine.</li><li>- Gas cromatografia. Descrizione di un sistema cromatografico. Gascromatografia di adsorbimento (gas solido, GSC) e gascromatografia di ripartizione (gas liquido, GLC). Colonne capillari e impaccate. Il gas di trasporto. Fasi stazionarie solide e liquide. Scelta della fase stazionaria.</li></ul> <p>Rivelatori per gascromatografia: conducibilità termica (TCD), a ionizzazione di fiamma (FID), a ionizzazione di fiamma alcalina, a cattura di elettroni (ECD). Spettrometro di massa.</p> <ul style="list-style-type: none"><li>• Tecniche separative: analisi HPLC qualitativa e quantitativa (HPLC a fase inversa, SEC ad esclusione dimensionale, ionica)</li><li>• Analisi di campioni complessi: tecniche di digestione, valutazione dell'effetto matrice.</li></ul> |
| Inglese | <p><i>The course requires that the student who accesses this course must have a good preparation in the fundamentals of analytical chemistry and physical chemistry gained in the three-year degree courses. The course will be structured as follows: introduction to the course (2 hours); introductory part and review of concepts of equilibrium between phases, analytical spectroscopy, fluorescence, mass spectroscopy as they are linked to the detectors used for chromatography, already covered during the three-year degree course (12 hours); introduction to separative techniques and their in-depth analysis (20 hours); sampling and treatment of samples (liquid, solid and gaseous) (6 hours); data analysis and validation of the results obtained (8 hours). Program in detail:</i></p> <p><i>Separative techniques. Principles of chromatography. The chromatographic peak. Retention time. Theoretical plates. Separative efficiency and influencing factors. Efficiency measurement. Capacity factor. Selectivity. Resolution and dependence on selectivity and efficiency. Expression of resolution. Van Deemter equation and dependence of the related terms on experimental and instrumental conditions. Deviations from linearity in the distribution isotherm.</i></p> <ul style="list-style-type: none"><li>• <i>Gas chromatography. Packed columns and capillaries. Stationary phases from gas chromatography. Programmed temperature analysis. Injectors. Gas chromatography detectors.</i></li><li>• <i>Liquid chromatography, HPLC. Liquid chromatography methods. Pumps, injectors. Stationary phases in LC. Direct phase and reverse phase, mobile phase gradient. Criteria for choosing the appropriate LC technique to solve an analytical case. LC detectors</i></li><li>• <i>Principles of mass spectrometry (MS), instrumental basics</i></li><li>• <i>Separative techniques: qualitative and quantitative HPLC analysis (reversed phase HPLC, size exclusion SEC, ionic)</i></li><li>• <i>Analysis of complex samples: digestion techniques, evaluation of the matrix effect.</i></li></ul>   |

|                        |   |
|------------------------|---|
| <p><b>Italiano</b></p> | <p><b>MATERIALE DIDATTICO:</b><br/>           Chimica analitica strumentale di Douglas A. Skoog, James F.<br/>           Cromatografia. Principi di base, preparazione di campioni e metodi correlati Autori E. Lundanes, L. Reubsaet, T. Greibrokk (Piccin)<br/>           Chimica Analitica - Luigi Sabbatini, Cosimino Malitesta, Paolo Pastore, Ed. EdiSES università<br/>           Schede tecniche dei materiali usati in cromatografia e degli standard forniti dalle aziende</p> <p>Bibliografia di riferimento:<br/>           1.R. Cozzi, P. Protti, T. Ruaro, ANALISI CHIMICA STRUMENTALE, Zanichelli, 2001<br/>           2. J. H. Gross, MASS SPECTROMETRY- A Textbook, Springer 2011<br/>           3. F.W. McLafferty, INTERPRETATION OF MASS SPECTRA University Science Books1980<br/>           4. K.A. Rubinson, J.F. Rubinson, Chimica analitica strumentale, 1a ed.,Bologna, Zanichelli, luglio 2002. ISBN 88-08-08959-2<br/>           Technical data sheets of materials used in chromatography and standards provided by companies</p> |
| <p><i>Inglese</i></p>  | <p><b>EDUCATIONAL MATERIAL:</b><br/>           Chimica analitica strumentale di Douglas A. Skoog, James F.<br/>           Cromatografia. Principi di base, preparazione di campioni e metodi correlati Autori E. Lundanes, L. Reubsaet, T. Greibrokk (Piccin)<br/>           Chimica Analitica - Luigi Sabbatini, Cosimino Malitesta, Paolo Pastore, Ed. EdiSES università</p> <p><i>Reference Bibliography:</i><br/>           1.R. Cozzi, P. Protti, T. Ruaro, ANALISI CHIMICA STRUMENTALE, Zanichelli, 2001<br/>           2. J. H. Gross, MASS SPECTROMETRY- A Textbook, Springer 2011<br/>           3. F.W. McLafferty, INTERPRETATION OF MASS SPECTRA University Science Books1980<br/>           4. K.A. Rubinson, J.F. Rubinson, Chimica analitica strumentale, 1a ed.,Bologna, Zanichelli, luglio 2002. ISBN 88-08-08959-2</p>  |

### MODALITÀ DI SVOLGIMENTO

|                        |   |
|------------------------|---|
| <p><b>Italiano</b></p> | <p>Il corso è interattivo, soprattutto nella seconda parte in cui verranno affrontati dei casi di studio con il coinvolgimento degli studenti.<br/>           L' esame consiste in una relazione su un caso di studio che verrà discussa all'esame orale..<br/>           La Commissione assegna un voto all'esame che comprende anche un punteggio dato alle relazioni da consegnata e il voto dell'esame.</p> |
| <p><i>Inglese</i></p>  | <p><i>The course is interactive, especially in the second part where case studies will be addressed with the involvement of the students.</i><br/> <i>The exam consists of a report on a case study that will be discussed during the oral exam.</i><br/> <i>The Commission assigns a grade to the exam which also includes a score given to the reports submitted and the exam grade</i></p>                   |

### MODALITÀ DI VALUTAZIONE

**Prova orale**



|                 |   |
|-----------------|---|
| <b>Italiano</b> | 48 ore di lezioni frontali con laboratorio<br>Il corso è organizzato in lezioni teoriche in aula con esercitazioni numeriche applicate a casi reali di analisi di campioni. Elaborazione di una relazione su un caso di applicazione, con discussione all'esame. Gli studenti devono frequentare almeno i 2/3 delle lezioni per accedere all'esame. |
| <i>Inglese</i>  | <i>48 h of lectures or, in which the topics of the course are presented and discussed, with explanatory numerical exercises, preparation of a report on an application case, with discussion during the exam.<br/>Students must attend at least 2/3 of the lessons to take the exam.</i>  |

## MODALITÀ DI FREQUENZA

---

### Frequenza facoltativa

|                 |  |
|-----------------|--|
| <b>Italiano</b> | Gli studenti devono frequentare almeno i 2/3 delle lezioni per accedere all'esame. |
| <i>Inglese</i>  | <i>Students must attend at least 2/3 of the lessons to take the exam.</i>          |