

SCHEDA DELL' INSEGNAMENTO DI ANALISI SPETTROSCOPICA DI BIOMOLECOLE

Spectroscopic Analysis of Biomolecules

Corso di Studio
CHIMICA e TECNOLOGIA
FARMACEUTICHE

Insegnamento

LMcu

A.A. 2017/2018

Docente: VARRA MICHELA

☎ 081678540

email: varra@unina.it

SSD CHIM06

CFU 10

Anno di corso (I, II, III) III

Semestre (I, II e LMcu) I

Insegnamenti propedeutici previsti: chimica organica I e II

RISULTATI DI APPRENDIMENTO ATTESI

NB I risultati di apprendimento attesi sono quanto lo Studente dovrà conoscere, saper utilizzare ed essere in grado di dimostrare al termine del percorso formativo relativo all'insegnamento in oggetto. Essi devono essere pertanto descritti "per punti" elencando le principali conoscenze e capacità che lo Studente avrà acquisito al termine del corso.

Nella descrizione delle conoscenze e delle capacità occorre prestare attenzione ai seguenti aspetti:

- i risultati di apprendimento attesi devono essere coerenti con gli obiettivi formativi specifici del Corso di Studio**
- verificare che vi sia adeguata corrispondenza tra le conoscenze e le capacità e gli argomenti descritti nella sezione relativa al Programma;**
- verificare, soprattutto nel caso di insegnamenti legati da vincoli di propedeuticità, che i risultati di apprendimento attesi in relazione all'insegnamento "che precede" costituiscano i necessari requisiti preliminari per i risultati di apprendimento relativi all'insegnamento "che segue"**

Conoscenza e capacità di comprensione (max 4 righe, Arial 9)

Gli obiettivi formativi del corso prevedono l'acquisizione da parte degli studenti dei concetti teorici e pratici che sono alla base delle tecniche sperimentali utili alla caratterizzazione strutturale di molecole organiche, rivolgendo particolare attenzione alla caratterizzazione delle biomolecole. Gli studenti acquisiranno le competenze di base utili per affrontare problemi inerenti la scelta delle tecniche più opportune da utilizzare in relazione alle caratteristiche primarie delle molecole incognite di cui si vuole determinare la struttura.

Conoscenza e capacità di comprensione applicate (max 4 righe, Arial 9)

Le esercitazioni in aula aiuteranno lo studente ad acquisire le competenze necessarie ad elaborare una relazione tecnico-scientifica circa le modalità con cui si affronta il problema della determinazione della struttura incognita di una biomolecola. L'acquisizione di queste competenze rappresenterà un momento formativo in cui lo studente dovrà organizzare ed elaborare criticamente le informazioni acquisite durante le lezioni teoriche.

Eventuali ulteriori risultati di apprendimento attesi, relativamente a:

- **Autonomia di giudizio:** Durante le esercitazioni pratiche gli studenti saranno coinvolti nello svolgimento di problemi relativi alla risoluzione di strutture incognite di biomolecole di dimensioni limitate, al fine di sviluppare la capacità di selezionare le tecniche di indagine strutturale più adeguate in relazione alla problematica proposta.
- **Abilità comunicative:** Le lezioni teoriche terminali di ciascun argomento, coinvolgeranno gli studenti ad una discussione attiva relativa alla ricerca della soluzione al problema oggetto della lezione, lasciando che gli stessi propongano possibili risposte ad eventuali dubbi esposti dai colleghi in aula.

Capacità di apprendimento: Alcune lezioni teoriche saranno rivolte all'analisi della letteratura in relazione alle nuove applicazioni delle tecniche di indagine strutturale oggetto del corso utilizzate per l'individuazione di strutture molecolari particolari o di difficile risoluzione.

PROGRAMMA (in italiano, min 10, max 15 righe, Arial 9, raggruppando i contenuti al massimo in 10 argomenti)

Spettrometria di Massa. (3 CFU) Descrizione generale dello strumento. Tipi di sorgente di ioni. Ionizzazione elettronica. Ionizzazione Chimica. FAB. Mald. ESI. Tipi di Analizzatori. Analizzatore magnetico Time of flight (TOF). Quadrupolo. Trappola ionica. Il rivelatore. Spettrometri EI-Magnetico. Lo spettro di Massa. Picco dello ione Molecolare e picchi satelliti. Risoluzione di un picco di massa e potere risolutivo di uno strumento. Determinazione della formula bruta. Meccanismi di frammentazione dello ione molecolare. Analisi dei picchi di frammentazione dello ione molecolare. MALDI-TOF. Esempi di applicazioni all'analisi di biomolecole. LCMS. Spettrometria di massa tandem. La spettrometria di massa nella determinazione della struttura primaria di un peptide. **Spettroscopia UV. (1 CFU)** La radiazione elettromagnetica e l'interazione con la materia. Lo spettrofotometro UV. Le transizioni elettroniche nella regione ultravioletta della radiazione. Le bande di assorbimento e lo spettro UV. Gruppi funzionali, transizioni elettroniche e massimi di assorbimento. Uso dell'UV per ottenere informazioni sulla struttura delle biomolecole. **Spettroscopia IR. (1 CFU)** Lo spettrofotometro IR. Tecniche di preparazione del campione. Lo spettro IR. Moti vibrazionali di stretching e di bending delle molecole. Analisi delle bande di assorbimento della radiazione infrarossa. Gruppi funzionali, frequenza ed intensità delle bande di assorbimento. **Spettroscopia CD.(1 CFU)** La radiazione circolarmente polarizzata. Lo

SCHEDA DELL' INSEGNAMENTO DI ANALISI SPETTROSCOPICA DI BIOMOLECOLE

Spectroscopic Analysis of Biomolecules

Corso di Studio
**CHIMICA e TECNOLOGIA
FARMACEUTICHE**

Insegnamento

LMcu

A.A. 2017/2018

spettro CD. L'effetto Cotton. Lo spettrofotometro CD. La struttura secondaria di biopolimeri e le bande dicroiche. **Spettroscopia NMR. (4 CFU)** Lo spin nucleare. I nuclei in un campo magnetico e la risonanza magnetica nucleare (NMR). Nuclei osservabili all'NMR. Il chemical shift. Lo spettro NMR e la scala delle frequenze. L'unità di misura NMR. Lo spettro protonico. Effetti anisotropi sul chemical shift. I chemical shift protonici tipici. Integrazione dei segnali. Protoni equivalenti e simmetria delle molecole. Centri stereo genici. Accoppiamento spin-spin. Accoppiamento scalare e dipolare. Le costanti di accoppiamento. Sistemi di spin di primo ordine non. La regola dell' $N+1$. Influenze sul valore della costante di accoppiamento. Le costanti di accoppiamento nei sistemi ciclici. Costanti di accoppiamento long-range. Lo spettrofotometro NMR. Lo spettro ad impulsi e la trasformata di Fourier. Il FID. Vantaggi dell'FT-NMR. Il rapporto segnale-rumore nello spettro NMR. Il disaccoppiamento di spin. L'effetto NOE. Lo spettro ^{13}C -NMR. Disaccoppiamento a larga banda. Chemical shift tipici. Esperimenti DEPT. Esperimenti NMR bidimensionali. Esperimenti omonucleari COSY, NOESY, ROESY, TOCSY. Esperimenti etero nucleari. HMQC, HMBC. NMR di piccoli peptidi. Determinazione della struttura primaria.

CONTENTS (in English, min 10, max 15 lines, Arial 9)

Mass Spectrometry. The Mass Spectrometer. Different ion sources. Electronic impact. Chemical ionization. Fast Atomic Bombardment. Matrix-Assisted Laser Desorption Ionization. Different analyzers. Magnetic analyzer. Time of flight (TOF). Quadrupole magnetic analyzer. Ion Trap. Detectors. Mass Spectrometer configurations. The mass spectrum. The Molecular ion peak. The isotopic compositions and accurate masses of single isotopic peaks. Molecular Formula from accurate masses. Molecular fragments in Mass Spectra. General mechanisms of Fragmentation. Structural data from ionic fragments. Mass spectrometry of biomolecules. Tandem Mass. Resolution of the primary structure of peptides and proteins by MS.

UV-Visible absorption spectroscopy. The electromagnetic waves and its interaction with the matter. The UV spectrophotometer. Electron transitions in ultraviolet/visible region. The electronic structure of the molecules and the UV bands. Selection rules: allowed and forbidden transitions. Woodward-Fieser rules. Bathochromic and hypsochromic shifts of UV bands. Hyperchromic and Hypochromic effects on the UV bands. UV spectra of biological polymers. Thermal stability of structured biomolecules from UV-melting curves.

Infrared (IR) Spectroscopy. The IR spectrophotometer. Sample preparation. Molecular motions. The Energy of Molecular vibrations. Vibrational energy levels of a harmonic potential. The vibro-rotational spectra of molecules. Stretching and bending motions. The selection rule. Characteristic stretching and bending frequencies of the most frequently occurring functional groups. Overlapping frequency ranges for stretching, bending and torsional modes of vibration.

An introduction to Circular Dichroism (CD). The linearly polarized and the circularly polarized light. The chiral environment and the origin of optical activity. The Cotton effect. Unit of ORD and CD. Molar ellipticity. Applications of CD spectroscopy. Estimation of protein and nucleic acid conformation by CD spectra.

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectroscopy. The basics of NMR theory. The nuclear spin. The nuclei in a magnetic field. The spin energy levels in a magnetic field. The nuclear magnetic resonance (NMR). The Larmor frequency. NMR spectrophotometer. The pulsed NMR Experiments. The Free Induction Decay. The Fourier transform and the frequency scale in the NMR spectra. Benefits of FT-NMR. The signal to noise ratio in the NMR spectrum. The chemical shift. The ^1H NMR spectra. Anisotropic effects on the chemical shift of protons. The relationships between the molecular symmetry and the number of ^1H NMR signals. Homotopic, Diastereotopic and Enantiotopic protons. Integration of the signals in the ^1H NMR spectra. Spin-Spin Coupling. The coupling constants. Pople nomenclature for coupled Spin systems. First order and no-first order spin systems in ^1H NMR spectra. The $N + 1$ rule. The $2N$ rule. The coupling constant values in cyclic and linear systems. The Carplus rule. Long-range coupling constants. Decoupled spectra. Dipolar Coupling. The NOE effect in ^1H NMR spectra. ^{13}C NMR experiments. ^{13}C Chemical shift. Proton coupled and proton decoupled ^{13}C NMR spectra. DEPT experiments. Two-dimensional NMR experiments. Basics of Homonuclear 2D experiments COSY, NOESY, ROESY, TOCSY. Basics of 2D Hetero nuclear experiments. HMQC, HMBC.

MATERIALE DIDATTICO (max 4 righe, Arial 9)

Testo consigliato:

Silverstein, Webster, Kiemle "Identificazione Spettrometrica di Composti Organici" Casa Editrice Ambrosiana

Il materiale didattico aggiuntivo ed integrativo del testo consigliato è fornito agli studenti attraverso il sito docenti dell'università.

MODALITA' DI ESAME

L'esame si articola in prova	Scritta e orale	x	Solo scritta		Solo orale	
Altro, specificare	La prova scritta è esonerata per gli					

SCHEDA DELL' INSEGNAMENTO DI ANALISI SPETTROSCOPICA DI BIOMOLECOLE

Spectroscopic Analysis of Biomolecules

Corso di Studio
CHIMICA e TECNOLOGIA
FARMACEUTICHE

Insegnamento

LMcu

A.A. 2017/2018

<input type="text"/>	studenti che superano le due prove in itinere	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
In caso di prova scritta i quesiti sono (*)	A risposta multipla	<input type="text"/>	A risposta libera	<input type="text"/>	Esercizi numerici

(*) E' possibile rispondere a più opzioni