

# Metodologie chimiche di analisi molecolare

<b>Docente</b>	Prof.ssa Carla Isernia, Dott.ssa Simona Piccoiella
<b>Anno</b>	3° anno
<b>Corso di studi</b>	Laurea triennale in Scienze Ambientali
<b>Tipologia</b>	Fondamentale
<b>Crediti</b>	6
<b>SSD</b>	CHIM/03 – Chimica Generale ed Inorganica
<b>Periodo didattico</b>	Secondo semestre
<b>Propedeuticità</b>	Il corso non prevede propedeuticità formali.
<b>Frequenza</b>	Fortemente consigliata ma non obbligatoria.
<b>Descrizione dei metodi di accertamento</b>	<b>Superamento di una prova orale</b>
<b>Sede</b>	Polo Scientifico, Via Vivaldi 43 – Caserta
<b>Orario di ricevimento</b>	lunedì 14.30-16.30; giovedì 14.30-16.30. Per stabilire un incontro in altri momenti è opportuno prendere appuntamento tramite posta elettronica ( <a href="mailto:carla.isernia@unina2.it">carla.isernia@unina2.it</a> ; <a href="mailto:simona.piccoiella@unina2.it">simona.piccoiella@unina2.it</a> )
<b>Organizzazione della didattica</b>	Lezioni frontali, esercitazioni di laboratorio
<b>Risultati di apprendimento previsti</b>	Il corso è rivolto agli studenti del terzo anno e si propone di fornire le conoscenze dei metodi di caratterizzazione chimico-fisica di molecole e macromolecole. Il corso tratta, con un approccio teorico e pratico, le più avanzate metodologie di analisi e caratterizzazione delle molecole con particolare attenzione all'applicabilità di dette metodologie all'analisi ambientale.
<b>Programma</b>	<p><b>1. Spettroscopia IR.</b> Interazioni accoppiate, legame a idrogeno, risonanza di Fermi. Strumentazione. Preparazione del campione. Interpretazione degli spettri. Frequenze caratteristiche di gruppi funzionali di molecole organiche, alcani, alcheni, alchini, idrocarburi policiclici aromatici, alcoli e fenoli, epossidi e perossidi, nitrocomposti, composti contenenti ossigeno e zolfo, composti organici alogenati, composti contenenti fosforo, composti eteroaromatici. Spettroscopia IR in trasformata di Fourier: teoria ed applicazioni. Esercitazione di laboratorio</p> <p><b>2. Cromatografia.</b> Principi base della cromatografia. Cromatografia di adsorbimento. Fasi stazionarie e fasi mobili. Cromatografia liquido-solido su colonna. Cromatografia liquido-solido su strato sottile. Cromatografia di ripartizione. Fasi stazionarie e fasi mobili. Cromatografia liquido-liquido su colonna. Cromatografia liquido-liquido su strato sottile. Cromatografia liquido-liquido su carta. Cromatografia a scambio ionico. Cromatografia gas-liquido su colonna. Tecniche elettrocromatografiche. Elettroforesi capillare e su carta. Cromatografia liquida ad alte prestazioni (HPLC). Applicazioni all'inquinamento dell'aria, dell'acqua, del suolo. Introduzione alla gas cromatografia. Esercitazione di laboratorio.</p> <p><b>3. Introduzione alla Risonanza Magnetica Nucleare.</b> Principi fondamentali della risonanza magnetica nucleare. Quantizzazione del momento angolare di una particella isolata, spin nucleare ed elettronico, momenti magnetici nucleari. Nuclei in un campo magnetico, precessione di Larmor, rapporto giromagnetico. Magnetizzazione longitudinale e trasversale, rotating frame, effetto degli impulsi di radiofrequenza., il FID. NMR del protone. Chemical shift, fattori che influenzano il chemical shift, area dei segnali, accoppiamento spin-spin. Sistemi di spin, sistemi del primo ordine. Il rilassamento. Rilassamento longitudinale e trasversale, T1 e T2. Accoppiamento scalare, costanti di accoppiamento e struttura, Accoppiamento dipolare, effetto NOE, sua correlazione con le distanze internucleari. NMR multinucleare. Esperimenti 2D. Esperimenti di correlazione scalare, COSY, TOCSY. Esperimenti di correlazione dipolare, NOESY, ROESY. Rappresentazione schematica di uno spettrometro NMR. Acquisizione degli spettri, rivelazione del segnale, rivelazione in quadratura. Analisi degli esperimenti. Tecniche di assegnazione delle risonanze. Applicazioni. Identificazione di composti organici. Analisi quantitativa di miscele multicomponenti. Determinazione della struttura tridimensionale di molecole e macromolecole. Studi di interazione molecola-substrato, macromolecola-substrato. Esercitazione di laboratorio</p> <p><b>4. La spettrometria di massa.</b> I fondamenti. Sistema di introduzione del campione. Principali tecniche di ionizzazione (EI, CI, ESI, APCI, APPI, MALDI). Gli analizzatori (a settore, quadrupolo, trappola ionica, ICR, Orbitrap, tempo di volo). Spettrometria di massa a tandem. Caratteristiche di uno spettro di massa e linee di interpretazione. L'accoppiamento GC-MS e HPLC-MS, la rivelazione selettiva degli ioni (SIM, SRM, MRM), la ricerca in banche dati, il ruolo del calcolatore. Cenni di applicazioni della spettrometria di massa allo studio delle biomolecole, all'analisi quantitativa di farmaci e dei loro metaboliti, all'analisi in campo alimentare, tossicologico, clinico e al doping nello sport. Esercitazioni di interpretazione di spettri ottenuti mediante ionizzazione elettronica e electrospray.</p>
<b>Testi consigliati e bibliografia</b>	<p><b>Testi consigliati:</b> Appunti dalle lezioni. Articoli scientifici distribuiti durante il corso. Cozzi R. et al. (1998). Elementi di analisi chimica strumentale. Zanichelli. Grob, R. L. (1983). Chromatographic analysis of the environment. Marcel Dekker Inc. Silverstein R. M., Webster, F. X. (1997). Spectrometric Identification of Organic Compounds. Wiley. Chiappe C., D'Andrea F. Tecniche spettroscopiche e identificazione di composti organici. Edizioni ETS.</p>
<b>Breve curriculum docente</b>	<p>Carla Isernia nell'a.a. 1986/87 ha conseguito la laurea in Chimica con il massimo dei voti presso l'Università degli Studi "Federico II". di Napoli Nel 1988 le è stato affidato un incarico di collaborazione scientifica presso il Dipartimento di Chimica della stessa Università. Nel 1990 ha svolto attività di ricerca presso l'Organische Chemisches Institut della Technische Universität München (Monaco, Germania) sotto la guida del Prof. H. Kessler. Nel gennaio 1992 ha conseguito l'abilitazione all'esercizio della professione di Chimico e nel luglio 1992 il titolo di dottore di ricerca. Nel periodo marzo 1992-febbraio 1993 le è stato affidato un incarico di collaborazione scientifica presso il Centro Interuniversitario di Ricerca sui Peptidi Bioattivi (CIRPEB). Nel 1993 è risultata vincitrice di una borsa di studio post-dottorato dell'Università degli Studi "Federico II" di Napoli. Nel 1994 diventa Ricercatore di Chimica Generale ed Inorganica presso la Facoltà di Scienze Ambientali, Seconda Università di Napoli (SUN), dove svolge attività didattica ed è incaricata del corso di Chimica dell'Ambiente. Dal 2001 è professore associato di Chimica Generale ed Inorganica presso la Facoltà di Scienze Ambientali, dal 2010 Facoltà di Scienze del Farmaco per l'Ambiente e la Salute, attualmente Dipartimento di Scienze e Tecnologie Ambientali, Biologiche e Farmaceutiche (DiSTABIF), SUN. Carla Isernia sostiene i corsi di Chimica Generale ed Inorganica e Metodologie Chimiche di Analisi Molecolare rispettivamente per i corsi di Laurea in Farmacia e in Scienze Ambientali.</p> <p>E' membro del collegio dei docenti del dottorato di ricerca in "Biotecnologie Molecolari e Cellulari". Dal 2002 è membro del Consiglio scientifico e direttivo del CIRPEB. Dal 2007 al 2012 è membro della Giunta del Dipartimento di Scienze Ambientali, SUN. Dal 2009 è Presidente del Consiglio Direttivo della Divisione di Chimica dei Sistemi Biologici della Società Chimica Italiana, Divisione per la quale ha ricoperto i ruoli di vice presidente e tesoriere.</p> <p>L'attività di ricerca di Carla Isernia, svolta in collaborazione con numerosi istituti di ricerca nazionali ed internazionali, quali il Centre for Design and Structure in Biology, Jena, Germania, e l'Istituto di Biostrutture e Bioimmagini, sezioni di Catania e Napoli, è stata inizialmente rivolta verso lo studio delle proprietà conformazionali di peptidi bioattivi e delle loro interazioni con ioni metallici. Gli studi hanno compreso le fasi di ottenimento e di purificazione dei composti con procedure avanzate e</p>

l'utilizzazione e la combinazione di tecniche spettroscopiche in soluzione (CD, NMR, UV), di diffrazione dei raggi X su cristallo singolo e di metodi computazionali. Lo studio delle proprietà strutturali delle biomolecole in soluzione e le variazioni conformazionali assunte in solventi diversi ha riguardato peptidi lineari e ciclici; particolare attenzione è stata inoltre rivolta all'uso di amminoacidi stericamente impediti da utilizzare nella fase di progettazione di analoghi di elevatissima potenza e selettività. Come evoluzione naturale degli studi inquadrati nella vasta tematica di ricerca del "Riconoscimento Molecolare di molecole di interesse biologico", Carla Isernia si occupa attualmente dello studio conformazionale in soluzione, mediante NMR, di sistemi peptidici e proteici che coordinano ioni metallici.

La dott.ssa Simona Piccolella è dal 15 dicembre 2011 ricercatrice non confermata di Chimica Generale e Inorganica (SSD CHIM/03) e afferisce attualmente al Dipartimento di Scienze e Tecnologie Ambientali, Biologiche e Farmaceutiche (DISTABIF) della Seconda Università degli Studi di Napoli. Nel 2010 ha conseguito il titolo di Dottore di Ricerca in "Risorse e Ambiente" presso il medesimo Ateneo. Dall'a.a. 2006/07 al 2012/2013 ha svolto le esercitazioni numeriche e pratiche di laboratorio per l'insegnamento di Chimica Generale e Inorganica per il corso di laurea in Scienze Biologiche (dall'a.a. 2009/2010 anche per l'insegnamento di Chimica per il corso di laurea in Fisica). Dall'a.a. 2012/2013, è titolare dell'insegnamento "Applicazione dei radioisotopi in biologia" per il corso di laurea in Scienze Biologiche, e dall'a.a.2014/2015 dell'insegnamento "Chimica dei radioisotopi" per il corso di laurea in Farmacia. Dall'a.a. 2013/2014 è, infine, titolare del corso di "Monitoraggio degli inquinanti – Analisi degli inquinanti negli alimenti" per il corso di laurea magistrale in Scienze e Tecnologie per l'Ambiente e il Territorio, e del corso di "Metodologie chimiche di analisi molecolare– parte II" per il corso di laurea in Scienze Ambientali.

Ad oggi l'attività scientifica della dott.ssa Piccolella, svolta presso il laboratorio di Chimica Generale del Dipartimento di Scienze e Tecnologie Ambientali, Biologiche e Farmaceutiche (DISTABIF) della Seconda Università degli Studi di Napoli, è documentata da 19 pubblicazioni su riviste a diffusione internazionale, 1 capitolo su libro e 12 comunicazioni a congressi nazionali ed internazionali. L'attività di ricerca è volta allo studio sperimentale della struttura e reattività di specie ioniche in fase gassosa mediante tecniche spettrometriche di massa.

In particolare tali metodologie di indagine sono state applicate alla caratterizzazione strutturale di metaboliti secondari di origine vegetale, isolati da piante della flora mediterranea. La spettrometria di massa ha trovato applicazione nell'identificazione di tali sostanze, fornendo informazioni strutturali su piccole quantità di campione. Inoltre, dato che la purificazione e l'identificazione dei metaboliti secondari presenti in miscele vegetali complesse richiede tempi piuttosto lunghi e grandi quantità di materia prima, tecniche *on-line*, come l'HPLC/MS, hanno permesso di identificare singoli componenti di una miscela in seguito ad un'unica separazione cromatografica, senza ricorrere alle lunghe procedure di isolamento e purificazione dei singoli composti.

Più recentemente l'interesse scientifico della dott.ssa Piccolella è stato rivolto alla determinazione sperimentale mediante MS delle proprietà termochimiche delle specie gassose, quali l'affinità protonica, la basicità e l'acidità in fase gassosa, proprietà che giocano un ruolo particolarmente importante nello studio delle reazioni ione-molecola.