

Insegnamento: Metodologie chimiche di analisi molecolare
Chemical methods for molecular analysis

Docente	Prof.ssa Carla Isernia, Prof.ssa Simona Piccolella
Anno	3° anno
Corso di studi	Corso di laurea in Scienze Ambientali
Tipologia	Attività di base
Crediti	6
SSD	CHIM/03
Anno Accademico	2017/2018
Periodo didattico	Primo semestre
Propedeuticità	
Frequenza	Fortemente consigliata ma non obbligatoria
Modalità di esame	Prova orale
Sede	Polo Scientifico, Via Vivaldi 43 – Caserta – DISTABIF

Organizzazione della didattica Lezioni frontali, esercitazioni

Obiettivi formativi 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.

The course, directed to third-year undergraduate students, deals with fundamental notions of instrumental methods for chemical-physical analysis of molecules and macromolecules. The course illustrates the theoretic and experimental aspects of the principal spectroscopic techniques useful for the environmental analysis.

Prerequisiti Il corso non prevede propedeuticità formali.

No propedeutics

Contenuti del corso Analisi elettrochimica. Spettroscopia UV-Vis. Spettroscopia IR. Cromatografia. Risonanza Magnetica Nucleare. Spettrometria di massa.

Electrochemical analysis. UV-Vis spectroscopy. IR Spectroscopy. Chromatography. Nuclear Magnetic Resonance. Mass Spectrometry

Programma dettagliato

- Analisi elettrochimica.** Celle galvaniche o pile, previsione del comportamento delle celle elettrochimiche. Equazione di Nerst, calcolo dei potenziali delle reazioni di ossidoriduzione. Metodi di analisi elettrochimica. Potenzimetria, potenziali di cella e equazione di Nernst, componenti delle celle, applicazioni. Elettrodi ionoselettivi e dispositivi correlati, elettrodi a membrana di vetro, pHmetro. Energia libera e reazioni redox. Batterie e celle a combustibile: pile alcaline, batterie nichel-cadmio, cella a combustibile ad idrogeno. Elettrolisi. Coulombometria.
- Cromatografia.** Principi base della cromatografia. Cromatografia di adsorbimento. Cromatografia su colonna e su strato sottile. Cromatografia di ripartizione. Fasi stazionarie e fasi mobili. Cromatografia a scambio ionico. Cromatografia liquida ad alte prestazioni (HPLC). Introduzione alla gas cromatografia. Esercitazione di laboratorio.
- Fondamenti di spettrofotometria.** Definizione di radiazione elettromagnetica. Interazione fra radiazione elettromagnetica e materia: assorbimento ed emissione, livelli energetici e transizioni. Aspetti qualitativi e quantitativi: spettri di assorbimento ed emissione; legge di Lambert-Beer.

4. **Spettroscopia UV-Vis.** Tipi di transizioni elettroniche. Definizione dei gruppi cromoforici. Sistemi coniugati, sistemi aromatici. Strumentazione. Preparazione del campione. Interpretazione degli spettri. Assorbimenti caratteristici dei composti organici di interesse ambientale, composti utilizzati come solventi per spettroscopia UV, cromoforo etilenico, carbonile, nitrati, nitriti, nitrocomposti e nitrosocomposti, solfoni e solfossidi organici, benzene, benzeni sostituiti, bifenili sostituiti, composti policiclici aromatici, composti eteroaromatici. Stati eccitati, fluorescenza. Reazioni fotochimiche. Esercitazione di laboratorio.

5. **Spettroscopia IR.** 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

6. **La spettrometria di massa.** I fondamenti. Sistema di introduzione del campione. Principali modalità di ionizzazione. Principali sorgenti ioniche (EI, CI, ESI, APCI, APPI, MALDI): strumentazione e campi di applicazione. Analizzatori: caratteristiche generali. Analizzatori a settore magnetico e a doppia focalizzazione. Analizzatore quadrupolare, a trappola ionica, ToF. Caratteristiche di uno spettro di massa e linee di interpretazione. Esercitazioni di interpretazione di spettri ottenuti mediante ionizzazione elettronica.

7. **Introduzione alla Risonanza Magnetica Nucleare.** 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

Testi di riferimento

Appunti dalle lezioni. Articoli scientifici distribuiti durante il corso.
Hage DS, Carr JD (2012) Chimica analitica e analisi quantitativa. Piccin
Cozzi R. et al. (1998). Elementi di analisi chimica strumentale. Zanichelli.
R. M. Silverstein, F. X. Webster, D. J. Kiemle, D. L. Bryce. Identificazione spettrometrica di composti organici. CEA
C. Chiappe, F. D'Andrea. Identificazione di composti organici mediante tecniche spettroscopiche. ETS

Curriculum docente

Curriculum docente: Prof.ssa Carla Isernia

Posizione attuale

La professoressa Carla Isernia attualmente ricopre il ruolo di Professore Associato di *Chimica Generale ed Inorganica* (CHIM/03) presso il Dipartimento di Scienze e Tecnologie Ambientali, Biologiche e Farmaceutiche - DiSTABiF della Seconda Università degli Studi di Napoli.

Carriera accademica

nell'a.a. 1986/87 ha conseguito la laurea in Chimica con il massimo dei voti presso l'Università di Napoli "Federico II". Nel 1988 le è stato affidato un incarico di collaborazione scientifica presso il Dipartimento di Chimica dell'Università "Federico II". 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 "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, SUN. Attualmente tiene i corsi di Chimica generale ed inorganica e Metodologie chimiche di analisi molecolare. del Corso di Laurea in Scienze Ambientali, Dipartimento di Scienze e Tecnologie Ambientali, Biologiche e Farmaceutiche, SUN.

E' membro del collegio dei docenti del dottorato di ricerca in "Biotecnologie Molecolari e Cellulari". Dal 2002 è membro del Consiglio scientifico del CIRPEB. Dal 2007 al 2012 è membro della Giunta del Dipartimento di Scienze Ambientali, SUN, dove svolge la sua attività di ricerca. Dal 2009 è membro del Consiglio Direttivo della Divisione di Chimica dei Sistemi Biologici della Società Chimica Italiana, Divisione per la quale è attualmente Presidente.

Attività didattica

La professoressa Carla Isernia, fin dall'immissione nel ruolo di Ricercatore Confermato ha ricoperto vari insegnamenti del S.S.D. CHIM/03 presso il corso di laurea quinquennale in Scienze Ambientali, presso i corsi di Laurea Triennale in *Scienze Ambientali* e in *Biotecnologie* e presso il corso di Laurea Magistrale in *Farmacia*. Attualmente è titolare degli insegnamenti di *Chimica generale ed inorganica* per il corso di laurea magistrale in Farmacia e di *Metodologie chimiche di analisi molecolari* per il corso di laurea in Scienze Ambientali,.

Incarichi accademici

Componente della Giunta di Dipartimento dall'ottobre 1999 al luglio 2001. Presidente della Commissione Paritetica Docenti/Studenti del DiSTABiF da novembre 2015. Componente della Commissione Didattica per il Corso di Laurea in Farmacia. Membro del collegio dei docenti del *Dottorato di Ricerca* in "*Scienze Biomolecolari*". Componente del Comitato Direttivo del Centro Interuniversitario di Ricerca sui Peptidi Bioattivi. Presidente della Divisione di Chimica dei Sistemi Biologici, Società Chimica Italiana.

Attività di ricerca

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 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 proteici che coordinano ioni metallici e di peptidi coinvolti in processi di fusione delle membrane. Referee di riviste scientifiche a diffusione internazionale.

Referee per la valutazione di progetti di ricerca per il MIUR.

Responsabile Scientifico/Coordinatore di progetti di ricerca finanziati dal MIUR o da altri Enti pubblici di ricerca.

Curriculum docente: Prof.ssa Simona Piccolella

Posizione attuale

La professoressa Simona Piccolella attualmente ricopre il ruolo di Ricercatore confermato di Chimica generale ed Inorganica (CHIM03) presso il Dipartimento di Scienze e Tecnologie Ambientali, Biologiche e Farmaceutiche - DiSTABiF della Seconda Università degli Studi di

Napoli.

Carriera accademica

Nel 2010 ha conseguito il titolo di Dottore di Ricerca in “Risorse e Ambiente” presso il medesimo Ateneo. Il 15 dicembre 2011, in seguito a concorso, ha avuto la nomina a Ricercatore Universitario per il raggruppamento disciplinare di Chimica generale ed Inorganica (CHIM03) presso la Facoltà di Scienze MM. FF. NN. della SUN.

Attività didattica

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). Nell'a.a. 2012/2013, è stata titolare dell'insegnamento “Applicazione dei radioisotopi in biologia” per il corso di laurea in Scienze Biologiche, e nell'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, del corso di “Metodologie chimiche di analisi molecolare– parte II” per il corso di laurea in Scienze Ambientali e di parte dell'insegnamento di “Chimica Generale ed Inorganica” per il corso di laurea in Farmacia..

Incarichi accademici

Componente della Commissione Qualità e della Commissione Tirocini per il Corso di Laurea in Farmacia.

Attività di ricerca

Ad oggi l'attività scientifica della prof. Piccolella, svolta presso il Dipartimento di Scienze e Tecnologie Ambientali, Biologiche e Farmaceutiche (DISTABiF) della Seconda Università degli Studi di Napoli, è documentata da 31 pubblicazioni su riviste a diffusione internazionale e 2 capitoli su libro. 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.

Parallelamente l'interesse scientifico della prof. 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.

Referee di riviste scientifiche a diffusione internazionale indicizzate su Scopus e/o Web of Science
