

INSEGNAMENTO/MODULO METODI SPETTROSCOPICI IN CHIMICA ORGANICA

ANNO ACCADEMICO: **2017-2018**

TIPOLOGIA DI ATTIVITÀ FORMATIVA: attività CARATTERIZZANTE

DOCENTE: ANTONIETTA PEPE

e-mail: antonietta.pepe@unibas.it

sito web: scienze.unibas.it/site/home.html.

Telefono: 0971- 20215486

cell.

Lingua di insegnamento: italiano

n. CFU: 6

(5 di lezione e 1 di
esercitazioni/laboratorio)

n. ore: 52

(d 40 lezione e 12 di
esercitazione/laboratorio)Sede: **Potenza**

Dipartimento/Scuola:

Dipartimento di Scienze
CdS**Semestre****I Semestre: dal**
02/10/2017 al 15-
31/01/2018**OBIETTIVI FORMATIVI E RISULTATI DI APPRENDIMENTO**

Il corso si propone di fornire gli strumenti per permettere di identificare la struttura di molecole organiche di varia complessità tramite l'analisi combinata degli spettri ottenuti con le tecniche spettroscopiche più comunemente utilizzate a tal fine (IR, NMR). Sarà oggetto di studio anche la spettrometria di massa, quale strumento utile nella determinazione strutturale di molecole organiche. A tale scopo, il corso fornisce gli elementi di base per la comprensione delle basi fisiche delle varie tecniche oggetto di studio.

Alla fine del corso lo studente dovrà possedere le conoscenze fondamentali necessarie per la comprensione delle singole tecniche e per la loro applicazione nella pratica quotidiana di un laboratorio di sintesi, o in un laboratorio di analisi, o più in generale ogni qual volta si affronti l'identificazione strutturale di un composto organico. Lo studente dovrà, quindi, essere in grado di analizzare gli spettri IR, NMR e MS per ricavare dai dati spettroscopici informazioni utili per la determinazione della struttura molecolare di molecole organiche di varia complessità, dimostrando di essere in grado di correlare caratteristiche spettrali con le proprietà molecolari. Deve inoltre saper riportare i dati spettrali di una molecola organica secondo le convenzioni comunemente utilizzate nelle riviste scientifiche di chimica organica.

PREREQUISITI

Per poter comprendere i fondamenti delle tecniche spettroscopiche e spettrometriche e le loro principali applicazioni nel campo della chimica organica, lo studente deve possedere una buona conoscenza di base dei fondamenti di chimica generale, inorganica ed organica, della fisica generale e della chimica fisica.

CONTENUTI DEL CORSO

Introduzione generale alla determinazione strutturale di una molecola organica.(1h) Utilità delle tecniche spettroscopiche presentate nel corso. Descrizione degli obiettivi, metodi di insegnamento e di verifica.

Spettrometria di Massa (8h).Introduzione. Massa nominale e massa esatta. Schema a blocchi dello spettrometro.Sorgente. Generazione di ioni mediante diverse sorgenti (EI, CI, FAB, MALDI, ESI). Analizzatori (magnetico, quadrupolo, a trappola ionica, TOF). Rivelatori. Lo spettro di massa. Ione molecolare e distribuzione dei picchi isotopici. Frammentazioni primarie e secondarie. Principali regole di frammentazione e loro applicazione alle classi di composti organici più comuni.

Richiami dei principi base delle tecniche spettroscopiche. Interazione radiazione –materia. Lo spettro elettromagnetico. Energia delle radiazioni dello spettro elettromagnetico corrispondenti. (1h)

Spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare (6h) Basi teoriche del fenomeno NMR. Il momento angolare di spin nucleare, il momento magnetico nucleare. Nuclei in un campo magnetico. Transizioni di spin nucleare e loro energia. Precessione nucleare e risonanza magnetica nucleare. Popolazione dei livelli energetici. Concetto di magnetizzazione, modello del rotating frame, condizione on- ed off-resonance e definizione di finestra spettrale. Concetto di impulso selettivo e di hard-pulse, impulsi a 90° e 180° e loro effetti sulla magnetizzazione. Schema di uno spettrometro NMR. Acquisizione del segnale, cenni alla Trasformata di Fourier ed alla elaborazione del segnale NMR. Processi di rilassamento longitudinale e trasversale della magnetizzazione. La costante di schermo. Il chemical shift. Lo standard di riferimento.

¹H NMR (8h) Fattori che influenzano lo spostamento chimico: Effetti induttivo, mesomerico, di van der Waals, di anisotropia magnetica e della presenza di cariche. Spostamento chimico di protoni legati ad eteroatomi: effetto del legame idrogeno e dello scambio. Equivalenza chimica: protoni omotopici, enantiotopici e diastereotopici. Equivalenza per rapidointerscambio. Equivalenza magnetica. Regole di addittività per la stima del chemical shift. Struttura fine dei segnali: accoppiamento spin-spin e molteplicità del segnale. Accoppiamento geminale, vicinale e long range. Fattori che influenzano la costante di accoppiamento. Equazione di Karplus. Accoppiamento con protoni legati ad eteronuclei. Accoppiamento eteronucleare. Sistemi di spin, notazione. Sistemi del primo e del secondo ordine. Analisi degli spettri di sistemi a due spin (AX e AB), a tre spin (A2X, A2B, AMX, ABX, ABC) e a quattro spin (A2X2, A2B2, AA"XX", AA"BB"). Doppia risonanza: disaccoppiamento omonucleare ed effetto NOE.

¹³C NMR (4h).Sensibilità. Disaccoppiamento dal protone ed effetto NOE. Fattori che influenzano l'intensità dei picchi. Fattori che lo influenzano lo spostamento chimico. Regole di addittività. DEPT.

Cenni di spettroscopia bidimensionale. COSY, HETCOR, HSQC. Interpretazione degli spettri ¹H e ¹³C NMR di sostanze organiche.(4h)

Spettroscopia IR (6h). Assorbimento della radiazione infrarossa. Momento dipolare. Regole di selezione Teoria elementare della vibrazione di una molecola biatomica. Descrizione classica della vibrazione. Legge di Hooke. Oscillatore armonico e anarmonico. Vibrazioni molecolari. Tipi di vibrazioni. Gradi di libertà vibrazionali. Vibrazioni attive e inattive. Lo spettro infrarosso: posizione, intensità e forma delle bande. Preparazione del campione e strumentazione. Approssimazione di gruppo e principali classi di composti organici. Rassegna delle frequenze caratteristiche e diagnostiche per l'individuazione dei principali gruppi funzionali. Esame degli spettri IR di: alcani, alcheni, dieni, alchini, composti aromatici, alcoli, fenoli, eteri, chetoni, aldeidi, acidi carbossilici e derivati acilici, ammine, nitrili e nitroderivati. Studio dell'effetto induttivo e mesomerico, studio dell'effetto delle dimensioni di anello in composti ciclici, studio dell'effetto del solvente e del legame ad idrogeno inter- e intra-molecolare sulle bande di assorbimento dei vari gruppi funzionali. Esempi di interpretazione di spettri IR di molecole organiche di media complessità strutturale.

I dati spettroscopici nella letteratura scientifica. Come riportare i dati spettroscopici in un articolo scientifico. Formattazione secondo lo stile ACS e RSC. Esempi di Banche date contenenti dati spettroscopici. Software gratuiti per analisi di spettri. (2h)

Esercizi svolti in aula di interpretazione di strutture incognite con le tecniche descritte (12h)

METODI DIDATTICI

- Lezioni frontali con esercitazioni svolte in aula come parte integrante del corso allo scopo di "allenare" gli studenti alla interpretazione, combinazione e elaborazione dei dati spettrali in strutture di molecole organiche. Esempi scelti di esercizio vengono svolti in classe, con la partecipazione attiva degli studenti. Vengono svolti uno o più test di autovalutazione durante le lezioni frontali.
- Lettura e studio di articoli scientifici nell'ambito della chimica organica, con particolare attenzione al modo in cui vengono riportati i dati spettrali di composti organici

MODALITÀ DI VERIFICA DELL'APPRENDIMENTO

L'obiettivo della prova d'esame consiste nel verificare il livello di raggiungimento degli obiettivi formativi precedentemente indicati.

L'esame è diviso in 2 parti (prova scritta e esame orale) che hanno luogo generalmente nello stesso giorno.

La prova scritta consiste in 2 esercizi: Il primo esercizio prevede l'identificazione della struttura di una molecola organica sulla base dell'interpretazione degli spettri IR, Massa ed NMR.; nel secondo esercizio lo studente deve riportare i dati spettrali della molecola incognita dell'esercizio numero 1 secondo le convenzioni comunemente utilizzate nei lavori scientifici di Chimica organica . La durata è circa 2 h e non è consentito l'uso di alcun testo. Alla prova orale sono ammessi solo gli studenti che superano la prova scritta. Nel colloquio si verifica che siano state colmate eventuali deficienze evidenziate nella prova scritta e si affrontano gli aspetti teorici delle tecniche presentate.

TESTI DI RIFERIMENTO E DI APPROFONDIMENTO, MATERIALE DIDATTICO ON-LINE

I libri di testo consigliati sono:

- R.M. Silverstein, F.X. Webster, Identificazione spettroscopica di composti organici; Ambrosiana
 - M. Hesse, H. Meier, B. Zeeh, Metodi spettroscopici nella chimica organica; EdISES.
-

-
-
- Friebolin, *Basic One- and Two-Dimensional NMR Spectroscopy*, VCH;
 - H. Gunther, *NMR Spectroscopy*; Wiley

I lucidi delle lezioni sono disponibili su piattaforma E-learning di ateneo, il cui accesso è libero per gli studenti iscritti al corso. Vengono inoltre forniti i link a numerosi siti contenenti esercizi con soluzione presenti in rete .

METODI E MODALITÀ DI GESTIONE DEI RAPPORTI CON GLI STUDENTI

All'inizio del corso, dopo aver descritto obiettivi, programma e metodi di verifica, il docente mette a disposizione degli studenti una Cartella Dropbox dedicata, accessibile su invito, contenente le slides e altro materiale didattico. Contestualmente, raccoglie l'elenco degli studenti che intendono iscriversi al corso, corredato di nome, cognome, matricola ed email.

Orario di ricevimento: lunedì dalle 16.00 alle 17.00; mercoledì dalle 16.00 alle 17.00

Oltre all'orario di ricevimento settimanale, il docente è disponibile su appuntamento attraverso la propria email.

DATE DI ESAME PREVISTE¹

9/2/2018; 22/2/2018; 8/3/2018; 17/5/2018; 21/6/2018; 2/8/2018; 14/9/2018; 4/10/2018; 20/12/2018

SEMINARI DI ESPERTI ESTERNI SI NO

ALTRE INFORMAZIONI
