

## Spettroscopia NMR e Spettrometria di Massa: applicazioni e laboratorio

*NMR Spectroscopy and Mass Spectrometry: Applications and Laboratory*

<b>A.A.</b>	2025/26	<b>CdS</b>	Chimica
<b>Codice</b>	8067846	<b>Canale</b>	Unico
<b>CFU</b>	6 (4 cfu Cicero + 2 cfu Petrella)	<b>Lingua</b>	Italiano

### DOCENTE RESPONSABILE

**Daniel Oscar Cicero**

### CODOCENTE

**Greta Petrella**

Modulo: Esercitazioni NMR, principi e applicazioni della spettrometria MS e laboratorio / NMR exercise, principles and applications of MS spectrometry, and laboratory

### OBIETTIVI FORMATIVI

<b>Italiano</b>	<p><b>OBIETTIVI FORMATIVI:</b> Fornire agli studenti strumenti teorici e pratici per l'applicazione della spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare (NMR) e della spettrometria di massa (MS) nell'identificazione e caratterizzazione strutturale di molecole organiche e biomolecole, con particolare attenzione alle applicazioni analitiche e strutturali nei settori della chimica, della biologia e delle scienze farmaceutiche.</p> <p><b>CONOSCENZA E CAPACITÀ DI COMPrensIONE:</b> Al termine del corso, lo studente avrà acquisito una solida conoscenza dei principi fondamentali della spettroscopia NMR monodimensionale, bidimensionale e tridimensionale, nonché della spettrometria di massa, comprendendo i principali metodi di ionizzazione, separazione e rivelazione. Lo studente sarà inoltre in grado di comprendere il funzionamento della strumentazione e interpretare i dati sperimentali ottenuti.</p> <p><b>CAPACITÀ DI APPLICARE CONOSCENZA E COMPrensIONE:</b> Lo studente sarà in grado di interpretare e analizzare spettri NMR e dati di spettrometria di massa per determinare la struttura di composti organici, biomolecole e miscele complesse. Sarà inoltre capace di progettare esperimenti NMR (ad esempio COSY, TOCSY, HSQC, NOESY) e comprendere i parametri fondamentali della spettrometria di massa nelle applicazioni di proteomica e metabolomica.</p> <p><b>AUTONOMIA DI GIUDIZIO:</b> Lo studente acquisirà la capacità di valutare criticamente dati spettroscopici e spettrometrici, riconoscere segnali ambigui, interferenze o artefatti sperimentali e trarre conclusioni affidabili sull'identità e sulla struttura dei composti analizzati.</p> <p><b>ABILITÀ COMUNICATIVE:</b> Lo studente sarà in grado di comunicare in modo chiaro e appropriato i concetti fondamentali della spettroscopia NMR e della spettrometria di massa, sia in ambito accademico sia in quello applicativo, utilizzando una terminologia tecnico-scientifica corretta e presentando in modo efficace metodologie e risultati sperimentali.</p> <p><b>CAPACITÀ DI APPRENDIMENTO:</b> Lo studente svilupperà la capacità di approfondire autonomamente gli argomenti trattati</p>
-----------------	---

	<p>mediante la consultazione della letteratura scientifica e di testi specialistici avanzati, integrando le conoscenze teoriche con l'esperienza pratica acquisita in laboratorio e ponendo le basi per ulteriori percorsi di studio o attività di ricerca.</p>
Inglese	<p><b>LEARNING OBJECTIVES:</b> <i>To provide students with both theoretical and practical tools for the application of NMR spectroscopy and mass spectrometry (MS) in the identification and structural characterization of organic molecules and biomolecules, with particular focus on analytical and structural applications in chemistry, biology, and pharmaceutical sciences.</i></p> <p><b>KNOWLEDGE AND UNDERSTANDING:</b> <i>By the end of the course, the student will have acquired a solid understanding of the fundamental principles of one-dimensional, two-dimensional, and three-dimensional NMR spectroscopy, as well as mass spectrometry, including ionization, separation, and detection methods. The student will also be able to understand instrument operation and interpret experimental data.</i></p> <p><b>APPLYING KNOWLEDGE AND UNDERSTANDING:</b> <i>The student will be able to interpret and analyze NMR spectra and MS data to determine the structures of organic compounds, biomolecules, and complex mixtures. They will also be capable of designing NMR experiments (e.g., COSY, TOCSY, HSQC, NOESY) and understanding the key parameters in mass spectrometry for proteomics and metabolomics applications.</i></p> <p><b>INDEPENDENT JUDGEMENT:</b> <i>The student will gain the ability to critically evaluate spectroscopic and spectrometric data, recognize ambiguous signals or artifacts, and draw reliable conclusions about the structure and identity of the compounds under analysis.</i></p> <p><b>COMMUNICATION SKILLS:</b> <i>The student will be able to clearly and appropriately communicate fundamental concepts in NMR spectroscopy and mass spectrometry, both in academic and applied settings, using accurate technical terminology and effectively presenting methodologies and experimental results.</i></p> <p><b>LEARNING SKILLS:</b> <i>The student will develop the ability to autonomously deepen the topics covered, consulting scientific literature and advanced textbooks, and will be able to integrate theoretical knowledge with practical experience gained in the laboratory, laying the groundwork for further study or research activities.</i></p>

## PREREQUISITI

Italiano	Conoscenza di base di chimica organica, di NMR e di LC-MS.
Inglese	<i>Basic knowledge of organic chemistry, NMR, and LC-MS.</i>

## PROGRAMMA

Italiano	<p>Modulo di Risonanza Magnetica Nucleare (NMR)          Introduzione alla spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare (NMR)          Esperimenti monodimensionali: <math>^1\text{H}</math>, <math>^{13}\text{C}</math>, tecniche di editing e soppressione del segnale dell'acqua          Spettroscopia bidimensionale: COSY, TOCSY, HSQC, HMBC</p>
----------	---



	<p>Esperimenti NOESY e ROESY: trasferimenti attraverso lo spazio (<i>through-space</i>) Studio della dinamica molecolare mediante NMR Interazioni molecolari e variazioni di chemical shift indotte dal legame con ligandi Esperimenti tridimensionali per proteine: HNCA, HNCACB, CBCA(CO)NH, assegnamento spettrale e determinazione strutturale Determinazione strutturale mediante NMR: distanze NOE, angoli diedri e accoppiamenti dipolari residui (RDCs) Metabolomica NMR: approcci di <i>fingerprinting</i> e <i>profiling</i> Laboratorio: introduzione alla strumentazione e analisi di campioni reali per finalità quantitative e di elucidazione strutturale Modulo di spettrometria di massa (MS) Fondamenti della spettrometria di massa: ionizzazione, analizzatori e rivelatori Spettrometria di massa applicata alla proteomica: approccio <i>bottom-up</i>, digestione enzimatica e analisi MS/MS Analisi LC-MS in bioanalisi: selettività, sensibilità e procedure di calibrazione Applicazioni cliniche e farmacologiche: biomarcatori, metaboliti e screening analitico Tecniche di quantificazione assoluta e relativa Laboratorio: utilizzo pratico della spettrometria di massa per identificazione e quantificazione di analiti</p>
Inglese	<p><i>NMR Module</i> <i>Introduction to NMR spectroscopy</i> <i>One-dimensional experiments: <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C, editing, water signal suppression</i> <i>Two-dimensional spectroscopy: COSY, TOCSY, HSQC, HMBC</i> <i>NOESY and ROESY experiments: through-space transfers</i> <i>Molecular dynamics studied by NMR</i> <i>Molecular interactions and ligand-induced chemical shift changes</i> <i>Three-dimensional experiments for proteins: HNCA, HNCACB, CBCA(CO)NH, assignment, and structure</i> <i>Structure determination by NMR: NOE distances, dihedral angles, residual dipolar couplings (RDCs)</i> <i>NMR metabolomics: fingerprinting and profiling approaches</i> <i>Laboratory: introduction to instruments and analysis of real samples for quantitative and structural elucidation purposes</i> <i>Mass Spectrometry Module</i> <i>Fundamentals of mass spectrometry: ionization, analyzers, detectors</i> <i>Mass spectrometry in proteomics: bottom-up approach, digestion, MS/MS</i> <i>LC-MS analysis in bioanalysis: selectivity, sensitivity, calibration</i> <i>Clinical and pharmacological applications: biomarkers, metabolites, screening</i> <i>Techniques for absolute and relative quantification</i> <i>Laboratory: practical use of MS for identification and quantification</i></p>

## TESTI ADOTTATI E BIBLIOGRAFIA

Italiano	<p>Bibliografia di riferimento: Articoli scientifici recenti su tematiche specifiche trattate durante il corso.</p>
Inglese	<p><i>Reference Bibliography:</i> <i>Updated articles on specific topics</i></p>

## MODALITÀ DI SVOLGIMENTO

Italiano	Le lezioni teoriche si tengono in aula utilizzando strumenti informatici.
Inglese	<i>Theoretical lessons are proposed in the class by using electronic media.</i>

## MODALITÀ DI VALUTAZIONE

### Prova orale

Italiano	<p>L'esame consiste in una prova orale, preceduta dalla consegna di una relazione di laboratorio. La partecipazione alle attività di laboratorio e la consegna della relazione sono requisiti obbligatori per l'ammissione all'esame orale.</p> <p>La prova orale è finalizzata a verificare la conoscenza degli argomenti trattati durante il corso e la capacità dello studente di applicare tali conoscenze in contesti pratici e applicativi. La valutazione riguarderà la preparazione complessiva dello studente, considerando la capacità di integrare i contenuti del corso, di analizzare criticamente le tematiche affrontate e di formulare giudizi autonomi. Saranno inoltre valutate la proprietà di linguaggio, la chiarezza espositiva e l'appropriatezza terminologica, in conformità con i Descrittori di Dublino: conoscenza e capacità di comprensione; capacità di applicare conoscenza e comprensione; autonomia di giudizio; capacità di apprendimento; abilità comunicative.</p> <p>La valutazione finale terrà conto per il 70% della completezza e solidità delle conoscenze acquisite e per il 30% delle capacità espressive, analitiche e di giudizio autonomo dimostrate dallo studente.</p> <p>Il voto finale, espresso in trentesimi, sarà attribuito secondo i seguenti criteri:</p> <p>Non idoneo: gravi lacune nella conoscenza e nella comprensione degli argomenti trattati; limitata capacità di analisi e sintesi, frequente ricorso a generalizzazioni inappropriate e scarsa autonomia di giudizio; esposizione incoerente e utilizzo di un linguaggio inadatto.</p> <p>18–20: conoscenza e comprensione appena sufficienti degli argomenti, con eventuali imprecisioni o generalizzazioni; capacità di analisi, sintesi e autonomia di giudizio sufficiente; esposizione talvolta poco coerente e linguaggio non sempre appropriato.</p> <p>21–23: conoscenza e comprensione più che sufficienti degli argomenti; capacità di analisi e sintesi adeguatamente sviluppate; esposizione sufficientemente chiara e uso di un linguaggio appropriato.</p> <p>24–26: buona conoscenza e comprensione degli argomenti; buone capacità di analisi e sintesi espresse con rigore metodologico; linguaggio generalmente corretto, pur con occasionali imprecisioni.</p> <p>27–29: conoscenza approfondita degli argomenti; notevoli capacità di analisi, sintesi e autonomia di giudizio; esposizione rigorosa, chiara e supportata da un linguaggio tecnico appropriato.</p> <p>30–30 e lode: livello eccellente di conoscenza e comprensione degli argomenti; eccellenti capacità di analisi, sintesi e giudizio autonomo; esposizione originale, rigorosa e pienamente supportata da una terminologia scientifica appropriata.</p>
Inglese	<p><i>The exam will consist of an oral assessment, preceded by the submission of a laboratory report. Participation in the laboratory sessions and submission of the report are mandatory prerequisites for admission to the oral exam.</i></p> <p><i>The examination consists of an oral interview designed to test knowledge of the topics covered and assess the ability to apply that knowledge in applied contexts.</i></p> <p><i>The examination assesses the student's overall preparation, from the ability to integrate knowledge of the course content to the ability to analyze the topics to the development of independent judgments on the course topics. In addition, ownership of language and clarity of exposition are assessed in adherence with the Dublin descriptors (1. Knowledge and understanding - knowledge and understanding; 2. Ability to apply knowledge and understanding - applying knowledge and understanding; 3. Autonomy of judgment - making judgments; 4. Learning skills - learning skills; 5: Communication skills - communication skills).</i></p> <p><i>The final grade will consider 70% of the completeness of the knowledge acquired and 30% of the student's expressive and independent judgment skills.</i></p>



	<p><i>The final exam grade is expressed in thirtieths and will be obtained through the following grading system:</i></p> <p><i>Ineligible: major deficiencies in knowledge and understanding of topics; limited ability to analyze and synthesize, frequent generalizations, and limited critical and judgmental skills; topics expounded inconsistently and with inappropriate language</i></p> <p><i>18-20: Barely sufficient knowledge and understanding of the topics with possible generalizations and imperfections; sufficient ability to analyze, synthesize, and autonomy of judgment; topics exposed in a frequently inconsistent manner and with inappropriate language</i></p> <p><i>21-23: Slightly more than adequate knowledge and understanding of topics; sufficiently thorough analysis and synthesis skills, and appropriate language</i></p> <p><i>24-26: Fair knowledge and understanding of topics; good analysis and synthesis skills rigorously expounded; language not always appropriate</i></p> <p><i>27-29: Deep knowledge and understanding of topics; considerable analytical and synthesis skills. Good independent judgment. Topics rigorously expounded with proper language</i></p> <p><i>30-30L: Excellent level of knowledge and understanding of topics. Excellent skills in analysis, synthesis, and independent judgment. Original exposition with appropriate language.</i></p>
--	---

## MODALITÀ DI FREQUENZA

### Frequenza facoltativa

Italiano	La frequenza alle lezioni non è obbligatoria
Inglese	Attending the lessons is not mandatory.