

CORSO DI STUDIO *Chimica*

ANNO ACCADEMICO *2023-2024*

DENOMINAZIONE DELL'INSEGNAMENTO *Metodi Fisici in Chimica Organica, Physical Methods in Organic Chemistry*

Principali informazioni sull'insegnamento	
Anno di corso	<i>III anno</i>
Periodo di erogazione	<i>I semestre</i>
Crediti formativi universitari (CFU/ETCS):	<i>6 CFU</i>
SSD	<i>Chimica Organica CHIM/06</i>
Lingua di erogazione	<i>Italiano</i>
Modalità di frequenza	<i>Obbligatoria</i>

Docente	
Nome e cognome	<i>Antonio Salomone</i>
Indirizzo mail	<i>Antonio.slomone@uniba.it</i>
Telefono	<i>3494405918</i>
Sede	<i>Dipartimento di Chimica – Studio n. 208</i>
Sede virtuale	<i>7xnibtj (codice canale Teams)</i>
Ricevimento	<i>Lunedì, mercoledì e venerdì previo appuntamento via e-mail</i>

Organizzazione della didattica			
Ore			
Totali	Didattica frontale	Esercitazione in aula	Studio individuale
<i>150</i>	<i>32</i>	<i>30</i>	<i>88</i>
CFU/ETCS			
<i>6</i>	<i>4</i>	<i>2</i>	

Obiettivi formativi	<i>Lo studente sarà in grado di interpretare autonomamente i dati spettroscopici delle principali tecniche d'indagine strutturale della Chimica Organica (1H- e 13C-NMR, FT-IR, EI-MS) e sarà in grado di impiegare tali informazioni spettrali per la determinazione strutturale dei composti organici più comuni. Lo studente sarà inoltre in grado di correlare i dati spettroscopici sperimentali ai principi teorici di ciascuna tecnica spettroscopica.</i>
Prerequisiti	<i>Per un proficuo apprendimento della didattica erogata è necessario che lo studente abbia acquisito una buona conoscenza dei principi della fisica classica e della chimica organica. Propedeuticità: per sostenere l'esame è necessario aver superato l'esame di Chimica Organica (I corso).</i>

<p>Metodi didattici</p>	<p><i>La didattica sarà erogata attraverso 16 lezioni frontali (32 ore), in cui saranno affrontati tutti gli argomenti del corso dal punto di vista teorico. Queste lezioni frontali saranno opportunamente intervallate da 15 esercitazioni in aula (30 ore), durante le quali lo studente applicherà le conoscenze teoriche alla interpretazione dei dati spettroscopici e alla determinazione strutturale di molecole organiche.</i></p>
<p>Risultati di apprendimento previsti</p> <p><i>Da indicare per ciascun Descrittore di Dublino (DD=</i></p> <p>DD1 Conoscenza e capacità di comprensione</p> <p>DD2 Conoscenza e capacità di comprensione applicate</p> <p>DD3-5 Competenze trasversali</p>	<p><i>Il percorso formativo del corso è strutturato per consentire allo studente di raggiungere i seguenti risultati di apprendimento:</i></p> <p>Conoscenza e capacità di comprensione <i>Acquisire una solida conoscenza teorico-pratica delle principali metodologie spettroscopiche utili alla caratterizzazione dei composti organici.</i></p> <p>Conoscenza e capacità di comprensione applicate <i>Sviluppare la capacità di applicare le conoscenze teorico-pratiche alla risoluzione di problematiche sperimentali in vari ambiti della chimica organica, inclusa la determinazione strutturale, la comprensione di fenomeni dinamici e l'identificazione e dosaggio di composti organici in miscele.</i></p> <p>Autonomia di giudizio <i>Dimostrare la capacità di interpretare e valutare criticamente i dati spettroscopici, nonché di identificare la tecnica spettroscopica più adatta a una specifica problematica sperimentale.</i></p> <p>Abilità comunicative <i>Essere in grado di esporre con rigore e coerenza le proprie interpretazioni delle analisi spettroscopiche, utilizzando un linguaggio scientifico appropriato e mostrando una logica consequenziale nella discussione dei dati spettrali.</i></p> <p>Capacità di apprendere in modo autonomo <i>Essere in grado di utilizzare le proprie conoscenze teoriche di base allo studio di tecniche spettroscopiche avanzate, all'interpretazione dei relativi dati e/o alla risoluzione di strutture organiche complesse</i></p>

<p>Contenuti di insegnamento (Programma)</p>	<p>Spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare (NMR) <i>Aspetti generali e principi della spettroscopia di risonanza magnetica nucleare; spin nucleare e momento angolare di spin nucleare, momento magnetico di spin nucleare; nuclei magneticamente attivi (nuclei con spin ½ e nuclei quadrupolari); rapporto giromagnetico.</i> <i>Basi teoriche del fenomeno della risonanza magnetica nucleare (NMR)</i> <i>Comportamento di un nucleo magneticamente attivo (protone) in un campo magnetico statico, effetto Zeeman; moto di precessione nucleare, descrizione classica del moto di precessione; frequenza di risonanza di Larmor. Equazione fondamentale dell’NMR.</i> <i>Comportamento di un insieme di nuclei magneticamente attivi (protoni) in un campo magnetico statico: orientazione dei singoli momenti magnetici nucleari e magnetizzazione macroscopica; distribuzione di popolazione dei livelli energetici e sensibilità della tecnica NMR.</i> <i>Cenni sulla strumentazione NMR e sulla preparazione del campione. I solventi deuterati. Spettri NMR in onda continua. Spettri NMR in trasformata di Fourier: tecniche a impulsi. Effetto di un impulso sulla magnetizzazione. Rilassamento longitudinale e trasversale della magnetizzazione. Acquisizione del Free Induction Decay.</i> <i>Principali parametri NMR: Integrali, intensità e larghezze dei segnali. Misura degli integrali. Chemical shift: origine della costante di schermo nucleare nel protone. Scala di chemical shift per il protone. Fattori elettronici e strutturali che influenzano la costante di schermo del protone: effetto induttivo e mesomero, anisotropia magnetica (correnti di anello in benzene, annuleni, porfirine, effetto di elettroni π in alcheni, alchini e carbonili), legame idrogeno, effetto del solvente. Equazioni empiriche per la stima del chemical shift: regole di Schoolery.</i> <i>Costante di accoppiamento di spin nucleare e molteplicità del segnale: interazioni fra momenti magnetici nucleari; origine della costante di accoppiamento trasmessa attraverso gli elettroni di legame; molteplicità del segnale (triangolo di Tartaglia e diagrammi ad albero). Costanti di accoppiamento (¹H/¹H) geminali, vicinali e long-range e loro utilità nella determinazione della struttura di un composto organico: Dipendenza delle J da fattori strutturali ed elettronici, equazione di Karplus. Il segno delle costanti di accoppiamento.</i> <i>Equivalenza chimica e magnetica. Relazioni di topicità: test di sostituzione. Nuclei debolmente e fortemente accoppiati, spettri NMR del I e del II ordine. Sistemi di spin e loro classificazione secondo la notazione di Pople. Analisi dei multipletti complessi: metodo di Mann.</i> <i>Protoni scambiabili: alcoli, enoli, fenoli, ammine, ammidi, acidi carbossilici. Effetti strutturali e sperimentali (concentrazione, solvente, temperatura) sul chemical-shift dei protoni scambiabili.</i> <i>Spettroscopia ¹³C-NMR: aspetti principali, scala di chemical shift, disaccoppiamento dal protone, fattori strutturali che influenzano il chemical shift del ¹³C, il fenomeno del rilassamento (T₁/T₂), Nuclear Overhauser effect, previsione del chemical-shift (regole di Grant-Paul), effetto del sostituente in posizione gamma.</i></p> <p>Spettroscopia Infrarossa (IR) <i>Aspetti generali e principi della spettroscopia infrarossa. Oscillatore armonico. Quantizzazione dell’energia vibrazionale. Energia vibrazionale di molecole biatomiche. Moti traslazionali, vibrazionali e rotazionali di una molecola e modi normali di vibrazione. Moti di stretching e bending. Intensità dei segnali IR. Spettri IR di CO, CO₂ e H₂O. Cenni sulla strumentazione IR e sulla preparazione del campione. Regioni principali di uno spettro IR. Assorbimenti IR caratteristici di alcani, alcheni, alchini, eteri, alcoli, ammine, derivati del benzene, composti carbonilici (aldeidi, chetoni, acidi carbossilici, esteri, ammidi).</i></p> <p>Spettrometria di Massa (MS) <i>Aspetti generali e principi della spettrometria di massa. Schema generale della</i></p>
---	---

	<p>strumentazione. Ionizzazione ad impatto elettronico, separazione degli ioni in base al rapporto m/z, esempi di spettri di massa dei composti organici più comuni. Riconoscimento dello ione molecolare: abbondanza isotopica, regola dell'azoto. Meccanismi di frammentazione dello ione molecolare: scissione alfa, scissione benzilica e allilica, retro-Diels-Alder, trasposizione di McLafferty, reazione onio, eliminazione di CO.</p>
Testi di riferimento	<p>1) Robert M. Silverstein, Francis X. Webster, David J. Kiemle, «Identificazione spettrometrica di composti organici», III edizione, Casa Editrice Ambrosiana 2) M. Hesse - H. Meier - B. Zeeh, «Metodi spettroscopici in Chimica Organica», II edizione, EdISES 3) R.S. Macomber, «A Complete Introduction to Modern NMR Spectroscopy», I edition, Wiley-Interscience 4) E. Pretsch, P. Bühlmann, M. Badertscher, «Structure Determination of Organic Compounds - Tables of Spectral Data», V Edition, Springer</p>
Note ai testi di riferimento	<p>I testi 1 e 2 precedentemente indicati sono da considerarsi come testi di riferimento per l'intero corso mentre i testi 3 e 4 sono consultabili per approfondimenti e consultazione.</p>
Materiali didattici	<p>Il materiale didattico è in formato elettronico (pdf) e può essere reperito nella sezione File del seguente Team "Materiale Didattico III anno Chimica" codice z2vfm11</p>

Valutazione	
Modalità di verifica dell'apprendimento	<p>La verifica dell'apprendimento è effettuata mediante una preliminare prova scritta, della durata di 150 minuti, che prevede la determinazione di strutture organiche sulla base di dati sperimentali di spettrometria di massa, spettroscopia Infrarosso e spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare monodimensionale del protone e del carbonio. Tale prova è finalizzata all'accertamento di alcune importanti conoscenze di base (requisiti minimi) quali il riconoscimento dei gruppi funzionali e dei frammenti molecolari più comuni, nonché la comprensione della connettività atomica delle molecole in esame.</p> <p>Alla prova scritta seguirà una prova orale della durata media di 30 minuti in cui sarà commentato l'elaborato della prova scritta e saranno valutate conoscenze più approfondite come l'interpretazione dei dati spettroscopici per la comprensione di fenomeni correlabili a: stereoisomeria configurazionale e conformazionale, acidità, distribuzione elettronica, interazioni intermolecolari e fenomeni dinamici.</p>

<p>Criteri di valutazione</p>	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Conoscenza e capacità di comprensione:</i> <ul style="list-style-type: none"> ○ Conoscenza dei principi teorici alla base delle comuni tecniche spettroscopiche per la caratterizzazione strutturale delle molecole organiche (NMR, FT-IR, EI-MS) • <i>Conoscenza e capacità di comprensione applicate:</i> <ul style="list-style-type: none"> ○ Riconoscimento di frammenti molecolari e gruppi funzionali più comuni; ○ Capacità di risolvere strutture molecolari ○ Interpretazione di dati spettrali correlabili a fenomeni dinamici, proprietà molecolari peculiari, stereochimica, interazioni intermolecolari • <i>Autonomia di giudizio:</i> <ul style="list-style-type: none"> ○ Problem solving ○ Analisi critica dei dati spettroscopici ○ Correlazione tra struttura stereo-elettronica e dati spettroscopici • <i>Abilità comunicative:</i> <ul style="list-style-type: none"> ○ Utilizzo di un linguaggio scientifico appropriato ○ Rigore argomentativo ○ Chiarezza espositiva • <i>Capacità di apprendere:</i> <ul style="list-style-type: none"> ○ Applicazione dei concetti di base alla risoluzione di strutture molecolari complesse
<p>Criteri di misurazione dell'apprendimento e di attribuzione del voto finale</p>	<p><i>La prova scritta è costituita da un minimo di 3 ad un massimo di 6 quesiti ai quali è attribuito un punteggio in trentesimi. La somma dei punteggi dei quesiti è 30/30. La prova scritta si intende superata quando il voto è maggiore o uguale a 18/30. Il voto finale è determinato come media dei voti della prova scritta e della prova orale ed è attribuito in trentesimi. L'esame si intende superato quando il voto finale è maggiore o uguale a 18/30.</i></p>

Altro	

FAC.SIMILE SCHEDA DI INSEGNAMENTO IN LINGUA INGLESE
COURSE OF STUDY *Chemistry*
ACADEMIC YEAR *2023-2024*
ACADEMIC SUBJECT *Physical Methods in Organic Chemistry*

General information	
Year of the course	III year
Academic calendar (starting and ending date)	I semester
Credits (CFU/ETCS):	6
SSD	Organic Chemistry CHIM/06
Language	Italian
Mode of attendance	Mandatory

Professor/ Lecturer	
Name and Surname	Antonio Salomone
E-mail	<i>Antonio.slomone@uniba.it</i>
Telephone	<i>3494405918</i>
Department and address	<i>Department of Chemistry – Room n. 208</i>
Virtual room	<i>7xnibtf (Teams code)</i>
Office Hours (and modalities: e.g., by appointment, on line, etc.)	Monday, Thursday and Friday by appointment via e-mail

Work schedule			
Hours			
Total	Lectures	Hands-on (laboratory, workshops, working groups, seminars, field trips)	Out-of-class study hours/ Self-study hours
<i>150</i>	<i>32</i>	<i>30</i>	<i>88</i>
CFU/ETCS			
<i>6</i>	<i>4</i>	<i>2</i>	

Learning Objectives	The student will be able to independently interpret the spectroscopic data from the main techniques used in the structural investigation of Organic Chemistry (^1H and ^{13}C -NMR, FT-IR, EI-MS), and will be capable of employing such spectral information for the structural determination of common organic compounds. Additionally, the student will be able to correlate the experimental spectroscopic data with the theoretical principles of each spectroscopic technique.
Course prerequisites	For a successful learning experience, it is necessary for the student to have acquired a good knowledge of the principles of classical physics and organic chemistry. Prerequisites: To take the exam, it is required to have passed the Organic Chemistry (I course) exam.

Teaching strategie	The teaching will be delivered through 16 frontal lectures (32 hours), covering all the course topics from a theoretical perspective. These frontal lectures will be appropriately alternated with 15 classroom exercises (30 hours), during which the student will apply the theoretical knowledge to the interpretation of spectroscopic data and the structural determination of organic molecules.
Expected learning outcomes in terms of	The educational trajectory of the course is structured to enable the student to achieve the following learning outcomes:

Knowledge and understanding on:	<ul style="list-style-type: none">○ theoretical and practical knowledge of the main spectroscopic methodologies used for the characterization of organic compounds.
Applying knowledge and understanding on:	<ul style="list-style-type: none">○ the ability to apply theoretical and practical knowledge to solve experimental issues in various areas of organic chemistry, including structural determination, understanding dynamic phenomena, and identifying and quantifying organic compounds in mixtures
Soft skills	<ul style="list-style-type: none">● <i>Making informed judgments and choices on</i><ul style="list-style-type: none">○ the ability to interpret and critically evaluate spectroscopic data○ the identification of the most suitable spectroscopic technique to solve a specific experimental problem

	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Communicating knowledge and understanding</i> <ul style="list-style-type: none"> ○ to present rigorously and coherently one's interpretations of spectroscopic analyses ○ to use appropriate scientific language ○ to demonstrate logical consistency in the discussion of spectral data. • <i>Capacities to continue learning</i> <ul style="list-style-type: none"> ○ to apply one's basic theoretical knowledge to the study of advanced spectroscopic techniques, the interpretation of related data, and/or the resolution of complex organic structures
Syllabus	
Content knowledge	<p>Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR) General aspects and principles of nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy; nuclear spin and nuclear spin angular momentum, nuclear spin magnetic moment; magnetically active nuclei (nuclei with spin ½ and quadrupolar nuclei); gyromagnetic ratio. Theoretical basis of Nuclear Magnetic Resonance (NMR) phenomenon Behavior of a magnetically active nucleus (proton) in a static magnetic field, Zeeman effect; nuclear precession motion, classical description of precession motion; Larmor resonance frequency. Fundamental equation of NMR. Behavior of a set of magnetically active nuclei (protons) in a static magnetic field: orientation of individual nuclear magnetic moments and macroscopic magnetization; population distribution of energy levels and sensitivity of NMR technique. Introduction to NMR instrumentation and sample preparation, deuterated solvents, continuous-wave NMR spectra, Fourier-transform NMR spectra: pulse technique. Effect of a pulse on magnetization. Longitudinal and transverse relaxation of magnetization (T1/T2). Free Induction Decay acquisition. Key NMR parameters: Integrals, intensities, and linewidths of signals. Measurement of integrals. Chemical shift: origin of nuclear shielding constant in protons. Chemical shift scale for protons. Electronic and structural factors influencing proton shielding constant: inductive and mesomeric effects, magnetic anisotropy (ring currents in benzene, annulenes, porphyrins, π-electron effect in alkenes, alkynes, and carbonyls), hydrogen bonding, solvent effect. Empirical equations for estimating chemical shift: Schoolery rules. Nuclear Spin-Spin Coupling Constant and Signal Multiplicity: interactions between nuclear magnetic moments; origin of coupling constant transmitted through bonding electrons; signal multiplicity (Tartaglia triangle and tree diagrams). Geminal, vicinal, and long-range (1H/1H) coupling constants and their utility in determining the structure of an organic compound: Dependence of J on structural and electronic factors, Karplus equation. Sign of coupling constants. Chemical and magnetic equivalence. Topicity relationships: substitution test. Weakly and strongly coupled nuclei, first-order and second-order NMR spectra. Spin systems and their classification according to Pople's notation. Analysis of complex multiplets: Mann's method. Exchangeable protons: alcohols, enols, phenols, amines, amides, carboxylic acids. Structural and experimental effects (concentration, solvent, temperature) on the chemical shift of exchangeable protons. 13C-NMR Spectroscopy: main aspects, chemical shift scale, proton decoupling, structural factors influencing the 13C chemical shift, relaxation phenomenon (T1/T2), Nuclear Overhauser effect, prediction of chemical shift: Grant-Paul rules, effect of the substituent in the gamma position."</p> <p>Infrared Spectroscopy (IR) General aspects and principles of infrared spectroscopy. Harmonic oscillator. Quantization of vibrational energy. Vibrational energy of diatomic molecules. Translational, vibrational, and rotational motions of a molecule and normal modes of vibration. Stretching and bending motions. Intensity of IR signals. IR spectra of CO, CO₂, and H₂O. Brief overview of IR instrumentation and sample preparation. Main regions of an IR spectrum. Characteristic IR absorptions of alkanes, alkenes, alkynes, ethers, alcohols, amines, benzene derivatives, carbonyl compounds (aldehydes, ketones, carboxylic acids, esters, amides).</p> <p>Mass Spectrometry (MS) General aspects and principles of mass spectrometry. General outline of the instrumentation.</p>

	Electron impact ionization, ion separation based on the m/z ratio, examples of mass spectra of common organic compounds. Identification of the molecular ion: isotopic abundance, nitrogen rule. Mechanisms of molecular ion fragmentation: alpha cleavage, benzylic and allylic cleavage, retro-Diels-Alder, McLafferty rearrangement, onium reactions, loss of CO."
Texts and readings	1) Robert M. Silverstein, Francis X. Webster, David J. Kiemle, «Identificazione spettrometrica di composti organici», III edizione, Casa Editrice Ambrosiana 2) M. Hesse - H. Meier - B. Zeeh, «Metodi spettroscopici in Chimica Organica», II edizione, EdiSES 3) R.S. Macomber, «A Complete Introduction to Modern NMR Spectroscopy», I edition, Wiley-Interscience 4) E. Pretsch, P. Bühlmann, M. Badertscher, «Structure Determination of Organic Compounds - Tables of Spectral Data», V Edition, Springer
Notes, additional materials	The previously mentioned texts 1) and 2) are to be considered as reference texts for the entire course, while texts 3) and 4) are available for further insights and consultation.
Repository	The teaching material is in electronic format (pdf) and can be found in the File section of the following Team: " Materiale Didattico III anno Chimica," with code z2vfm11

Assessment	
Assessment methods	<p>The assessment of learning is carried out through an initial written test, lasting 150 minutes, which involves determining organic structures based on experimental data from mass spectrometry, infrared spectroscopy, and one-dimensional nuclear magnetic resonance of proton and carbon. This test aims to verify some important basic knowledge (minimum requirements), such as recognizing functional groups and common molecular fragments, as well as understanding the atomic connectivity of the molecules under examination.</p> <p>Following the written test, there will be an oral examination with an average duration of 30 minutes, during which the written test will be discussed, and more in-depth knowledge will be evaluated, such as interpreting spectroscopic data for understanding phenomena related to: configurational and conformational stereoisomerism, acidity, electronic distribution, intermolecular interactions, and dynamic phenomena.</p>
Assessment criteria	<ul style="list-style-type: none"> • Knowledge and understanding <ul style="list-style-type: none"> ○ Knowledge of the theoretical principles underlying the common spectroscopic techniques for the structural characterization of organic molecules (NMR, FT-IR, EI-MS) • Applying knowledge and understanding <ul style="list-style-type: none"> ○ Recognition of common molecular fragments and functional groups; ○ Ability to solve molecular structures; ○ Interpretation of spectral data related to dynamic phenomena, specific molecular properties, stereochemistry, and intermolecular interactions. • Autonomy of judgment <ul style="list-style-type: none"> ○ Problem solving ○ Critical analysis of spectroscopic data ○ Correlation between stereo-electronic structure and spectroscopic data • Communicating knowledge and understanding <ul style="list-style-type: none"> ○ Use of appropriate scientific language ○ Argumentative rigor ○ Clarity in exposition • Capacities to continue learning <ul style="list-style-type: none"> ○ Application of basic concepts to the resolution of complex molecular structures
Final exam and grading criteria	<p>The written test consists of a minimum of 3 and a maximum of 6 questions, each of which is assigned a score out of thirty. The total score of all the questions is 30/30. The written test is considered passed when the grade is equal to or higher than 18/30.</p> <p>The final grade is determined as the average of the scores obtained in the written test and the oral examination, and it is assigned on a thirty-point scale. The exam is considered passed when the final grade is equal to or higher than 18/30."</p>
Further information	