



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
FIRENZE



HR EXCELLENCE IN RESEARCH

AREA
PERSONE E ORGANIZZAZIONE

Da un secolo, oltre.

Concorso pubblico, per titoli ed esami, per n. 1 (una) unità di personale, da inquadrare nell'Area dei Funzionari, settore scientifico-tecnologico, con contratto di lavoro subordinato a tempo indeterminato e pieno, da assegnare al Dipartimento di Neurofarba - profilo Farmaceutica e Nutraceutica

TRACCE

Si riportano di seguito le tracce della prova scritta del concorso in epigrafe effettuata in data 19 settembre 2025.

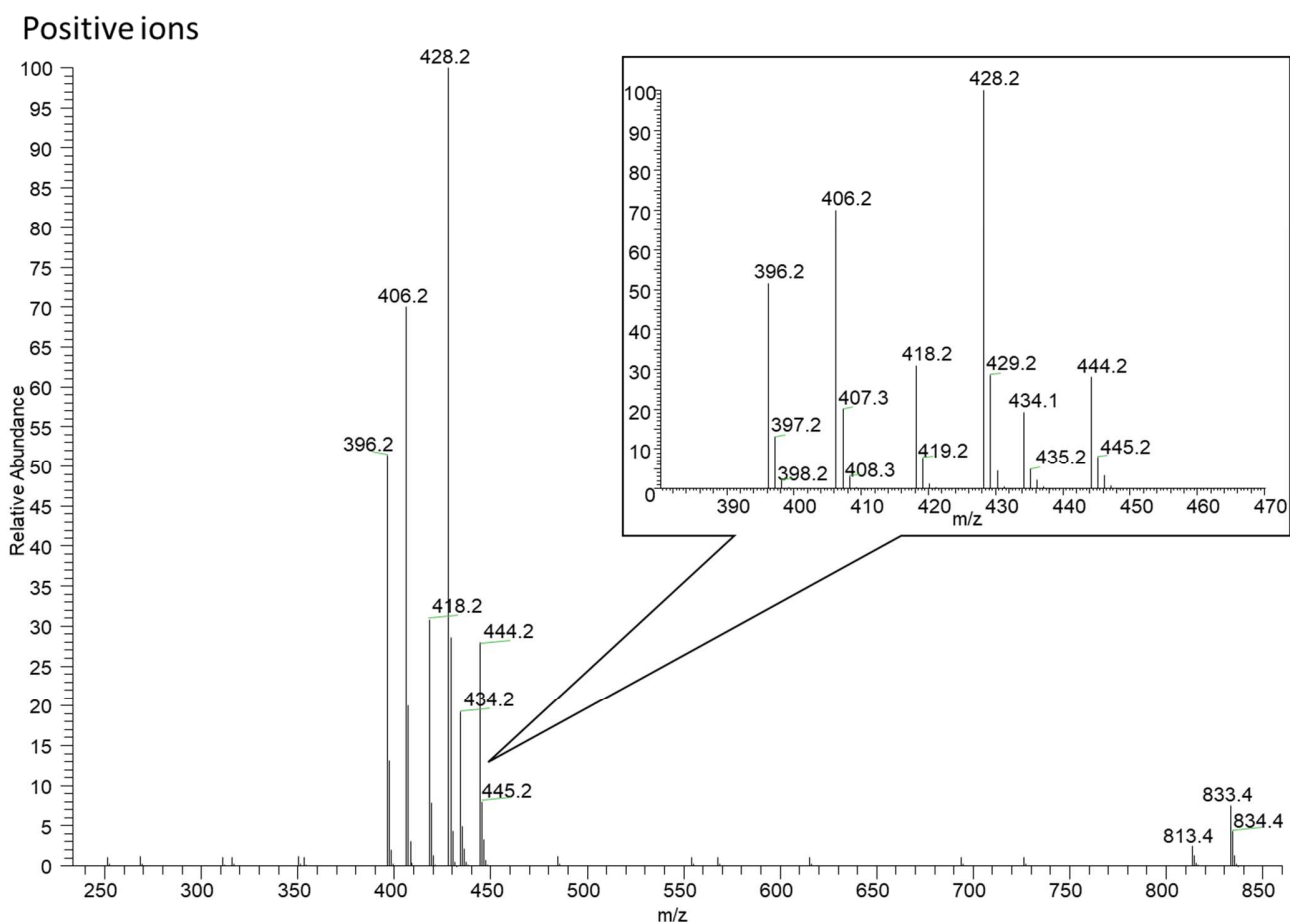
Il presente avviso ha valore di notifica a tutti gli effetti.

Il Dirigente

Dott. Luca Bardi

Domanda 1

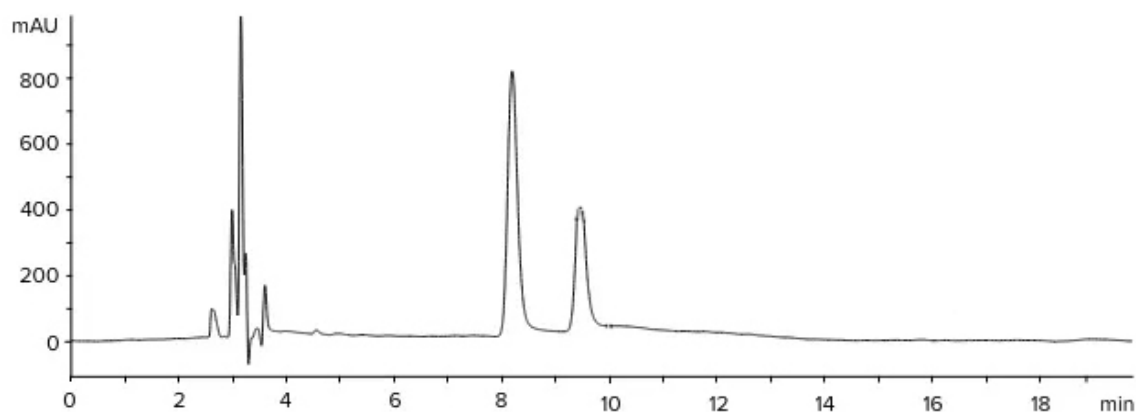
Nella figura sottostante è riportato uno spettro ESI-MS degli ioni positivi (range 250-850 m/z) di un campione proveniente da un laboratorio di sintesi. Un'aliquota di 1.2 mg di campione è stata additivata di 0.5 mL di metanolo e 100 μ L di dimetilsolfossido. Dalla soluzione ottenuta (Soluzione 1) sono stati prelevati 5 μ L e diluiti a 1 mL con una miscela di acqua:metanolo (Soluzione 2) e analizzati in flow-injection analysis (FIA) in un sistema ESI-MS a triplo quadrupolo.



1. Calcolare la concentrazione in ppm (mg/L) delle Soluzioni 1 e 2;
2. interpretare lo spettro di massa ottenuto attribuendo tutti i segnali riportati ai possibili ioni presenti nel campione indicando stato di carica, peso molecolare e altre informazioni conseguibili dai dati a disposizione;
3. eventuali commenti.

Domanda 2

Devo controllare l'eccesso enantiomerico di una preparazione farmaceutica a base di Ketoprofene. Ho a disposizione un sistema HPLC-DAD e una colonna chirale che mi permette di separare i due enantiomeri. Per eseguire l'analisi devi preparare i seguenti solventi: 200 mL di una soluzione di 10 mM di acido formico + 5 mM di formiato di ammonio in acqua:acetonitrile 90:10 (solvente A) e 350 mL di una soluzione di 5 mM di acido formico + 10 mM di formiato di ammonio in acqua:acetonitrile 10:90 (solvente B). Ho a disposizione acido formico con purezza 50% e densità 1.11 kg/L e una soluzione ottenuta sciogliendo 4,0 g di formiato d'ammonio in 25 mL di acqua. ($H=1$, $C=12$, $N=14$ e $O=16$ Da). Il cromatogramma ottenuto è riportato nella figura sottostante e nella tabella sono riportate le aree corrispondenti ai picchi riferibili ai due enantiomeri del Ketoprofene.



	Tr (min.)	Area (counts)	Width (min.)
R-Ketoprofene	8.211	9.07E+06	0.522
S-Ketoprofene	9.564	5.44E+06	0.518

1. Calcolare il titolo molare (M) delle soluzioni di acido formico e formiato d'ammonio a disposizione;
2. calcolare il volume in mL da prelevare dalle soluzioni a disposizione per preparare i solventi A e B;
3. calcolare l'efficienza cromatografica (N) per i due enantiomeri;
4. determinare l'eccesso enantiomerico;
5. commenti.

Domanda 3

Descrivi cosa si intende con il termine “diluizione isotopica” nell’ambito dell’analisi in spettrometria di massa. Quali sono i criteri da considerare nella scelta dello standard isotopico?

Domanda 4

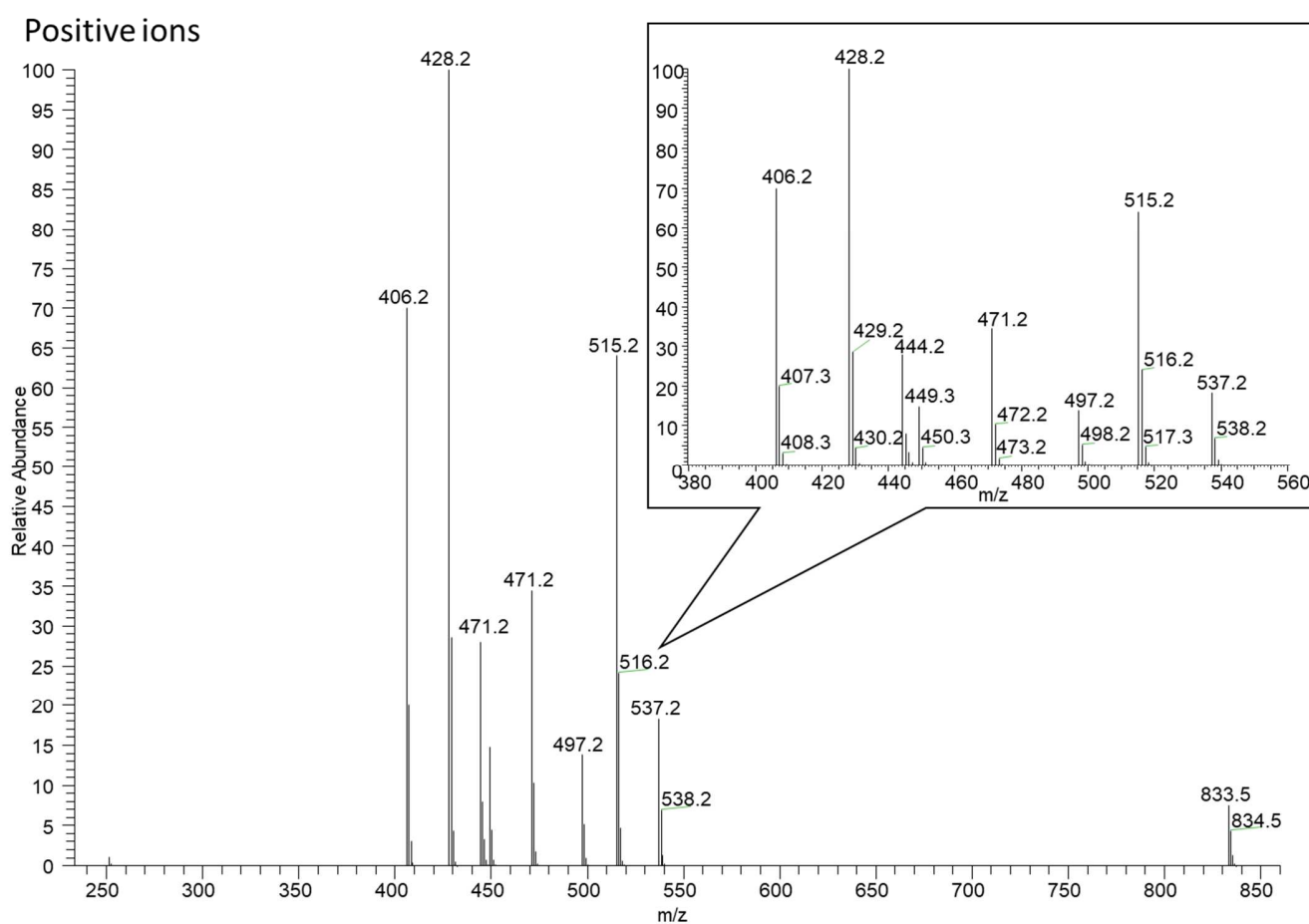
Come possiamo valutare il cosiddetto “effetto matrice” nella determinazione di un analita X impiegando i comuni sistemi cromatografici (HPLC, GC) accoppiati con detector spettroscopici (UV-VIS, FLD, ecc....) e spettrometrici (MS, MS/MS, ecc..) e come si distinguono gli effetti sull’analisi strumentale (rivelazione, ionizzazione, ecc...) rispetto a quelli della procedura di preparazione del campione?

Domanda 5

Cosa si intende con il “refill di azoto liquido” in un sistema NMR? Spiegare la procedura, perché è importante, quali misure di sicurezza sono necessarie e includere osservazioni/considerazioni sull’argomento.

Domanda 1

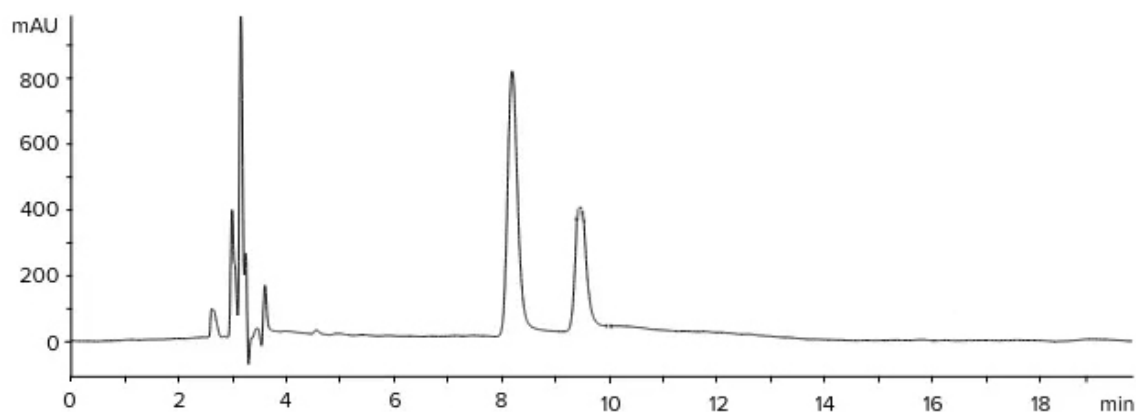
Nella figura sottostante è riportato uno spettro ESI-MS degli ioni positivi (range 250-850 m/z) di un campione proveniente da un laboratorio di sintesi. Un'aliquota di 0.6 mg di campione è stata additivata di 1.0 mL di metanolo e 200 μ L di dimetilsolfossido. Dalla soluzione ottenuta (Soluzione 1) sono stati prelevati 5 μ L e diluiti a 1 mL con una miscela di acqua:metanolo (Soluzione 2) e analizzati in flow-injection analysis (FIA) in un sistema ESI-MS a triplo quadrupolo.



1. Calcolare la concentrazione in ppm (mg/L) delle Soluzioni 1 e 2;
2. interpretare lo spettro di massa ottenuto attribuendo tutti i segnali riportati ai possibili ioni presenti nel campione indicando stato di carica, peso molecolare e altre informazioni conseguibili dai dati a disposizione;
3. eventuali commenti.

Domanda 2

Devo controllare l'eccesso enantiomerico di una preparazione farmaceutica a base di Levofloxacin o R-Ofloxacin. Ho a disposizione un sistema HPLC-DAD e una colonna chirale che mi permette di separare i due enantiomeri. Per eseguire l'analisi devi preparare i seguenti solventi: 450 mL di una soluzione di 5 mM di acido acetico + 25 mM di acetato di ammonio in acqua:metanolo 90:10 (solvente A) e 300 mL di una soluzione di 10 mM di acido acetico + 20 mM di acetato di ammonio in acqua:metanolo 10:90 (solvente B). Ho a disposizione acido acetico con purezza 60% e densità 1.03 kg/L e una soluzione ottenuta sciogliendo 4,0 g di acetato d'ammonio in 25 mL di acqua. ($H=1$, $C=12$, $N=14$ e $O=16$ Da). Il cromatogramma ottenuto è riportato nella figura sottostante e nella tabella sono riportate le aree corrispondenti ai picchi riferibili ai due enantiomeri dell'Ofloxacin.



	Tr (min.)	Area (counts)	Width (min.)
R-Ofloxacin	8.211	3.11E+06	0.516
S-Ofloxacin	9.564	2.02E+06	0.523

1. Calcolare il titolo molare (M) delle soluzioni di acido acetico e acetato d'ammonio a disposizione;
2. calcolare il volume in mL da prelevare dalle soluzioni a disposizione per preparare i solventi A e B;
3. calcolare l'efficienza cromatografica (N) per i due enantiomeri;
4. determinare l'eccesso enantiomerico;
5. commenti.

Domanda 3

Spiega cosa significa “diluizione isotopica” nell’analisi tramite spettrometria di massa e quali criteri utilizzare per scegliere lo standard isotopico.

Domanda 4

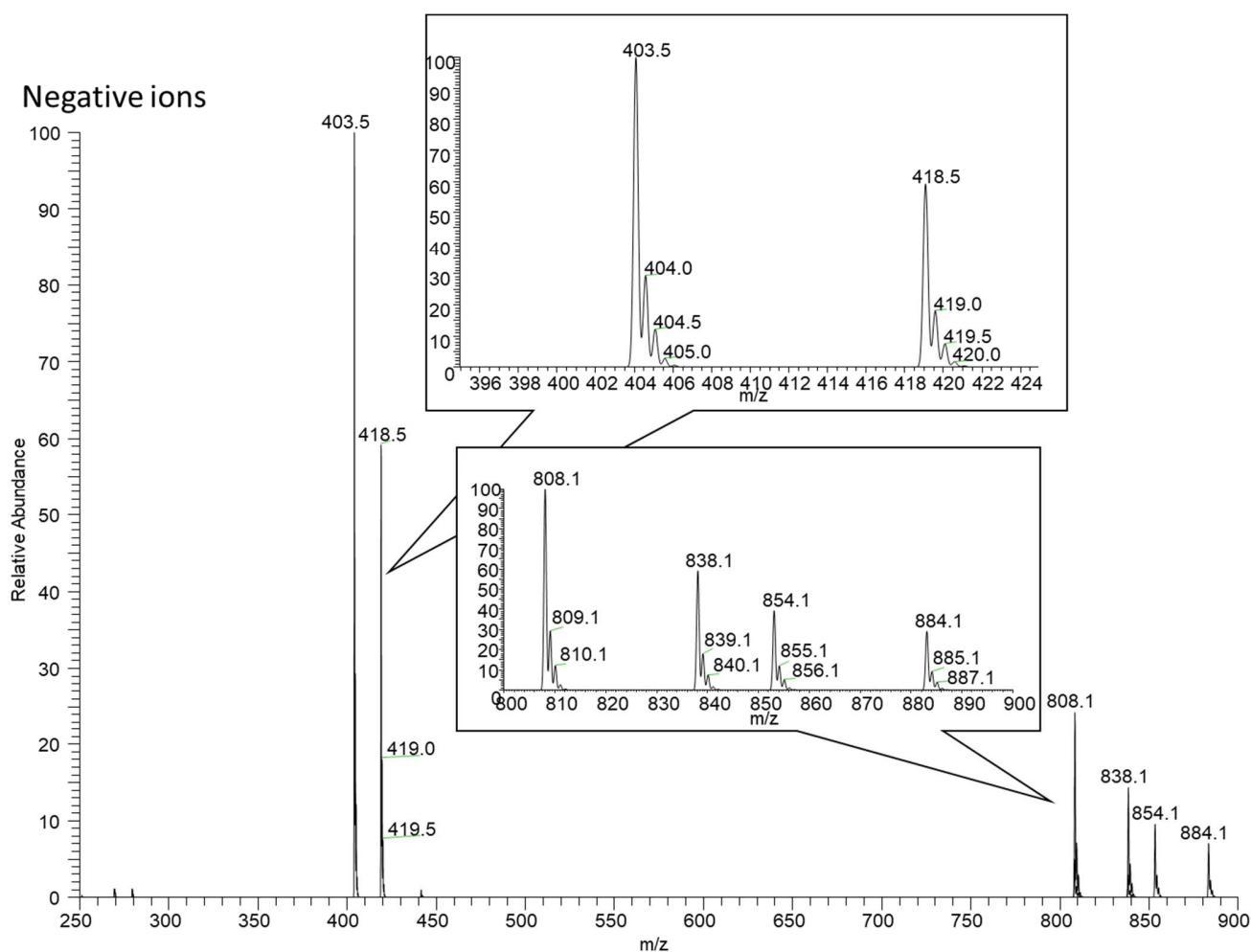
In che modo è possibile valutare l’“effetto matrice” nella determinazione di un analita X utilizzando i comuni sistemi cromatografici (HPLC, GC) abbinati a rivelatori spettroscopici (UV-VIS, FLD, ecc.) e a rilevatori spettrometrici (MS, MS/MS, ecc.)? E come si distinguono gli effetti sull’analisi a livello strumentale (rivelazione, ionizzazione, ecc.) da quelli attribuibili alla procedura di preparazione del campione?

Domanda 5:

Cosa si intende con “il refill di elio liquido” in un sistema NMR? Spiegare la procedura, perché è importante, quali misure di sicurezza sono necessarie e includere osservazioni/considerazioni sull’argomento.

Domanda 1

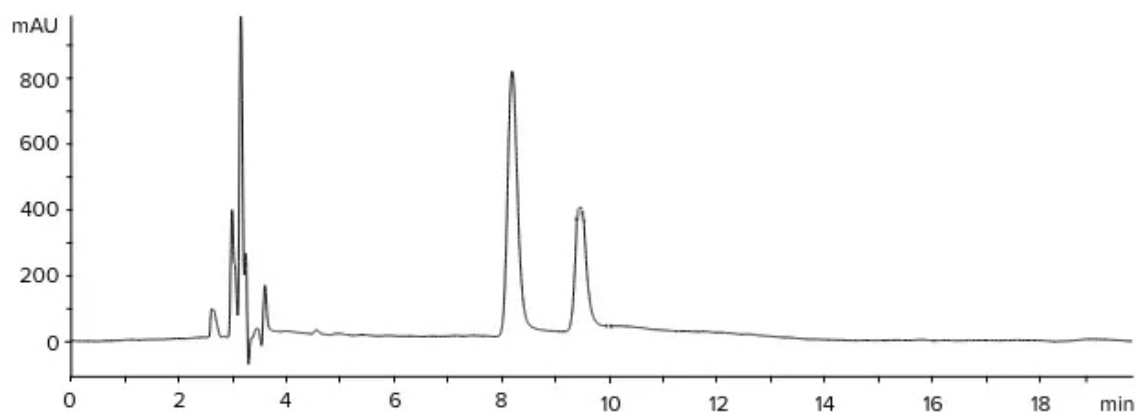
Nella figura sottostante è riportato uno spettro ESI-MS degli ioni negativi (range 250-900 m/z) di un campione proveniente da un laboratorio di sintesi. Un'aliquota di 1.2 mg di campione è stata additivata di 1.0 mL di metanolo e 200 μ L di dimetilsolfossido. Dalla soluzione ottenuta (Soluzione 1) sono stati prelevati 5 μ L e diluiti a 1 mL con una miscela di acqua:metanolo (Soluzione 2) e analizzati in flow-injection analysis (FIA) in un sistema ESI-MS a triplo quadrupolo.



1. Calcolare la concentrazione in ppm (mg/L) delle Soluzioni 1 e 2;
2. interpretare lo spettro di massa ottenuto attribuendo tutti i segnali riportati ai possibili ioni presenti nel campione indicando stato di carica, peso molecolare e altre informazioni conseguibili dai dati a disposizione;
3. eventuali commenti.

Domanda 2

Devi controllare l'eccesso enantiomerico di una preparazione farmaceutica a base di Esomeprazolo o S-Omeprazolo. Ho a disposizione un sistema HPLC-DAD e una colonna chirale che mi permette di separare i due enantiomeri. Per eseguire l'analisi devi preparare i seguenti solventi: 450 mL di una soluzione di 10 mM di acido acetico + 15 mM di acetato di ammonio in acqua:metanolo 90:10 (solvente A) e 300 mL di una soluzione di 20 mM di acido acetico + 5 mM di acetato di ammonio in acqua:metanolo 10:90 (solvente B). Ho a disposizione acido acetico con purezza 60% e densità 1.03 kg/L e una soluzione ottenuta sciogliendo 4,0 g di acetato d'ammonio in 25 mL di acqua. ($H=1$, $C=12$, $N=14$ e $O=16$ Da). Il cromatogramma ottenuto è riportato nella figura sottostante e nella tabella sono riportate le aree corrispondenti ai picchi riferibili ai due enantiomeri dell'Omeprazolo.



	Tr (min.)	Area (counts)	Width (min.)
R-Omeprazolo	8.211	1.01E+06	0.519
S-Omeprazolo	9.564	5.57E+05	0.521

1. Calcolare il titolo molare (M) delle soluzioni di acido acetico e acetato d'ammonio a disposizione;
2. calcolare il volume in mL da prelevare dalle soluzioni a disposizione per preparare i solventi A e B;
3. calcolare la risoluzione cromatografica (R) per i due enantiomeri;
4. determinare l'eccesso enantiomerico;
5. commenti.

Domanda 3

Descrivi il concetto di diluizione isotopica nel contesto della spettrometria di massa e indicazioni chiave per selezionare uno standard isotopico adeguato.

Domanda 4

Come si può quantificare l'impatto della matrice nella determinazione di un analita X con sistemi cromatografici standard (HPLC, GC) collegati a detector/strumenti spettroscopici (UV-VIS, FLD, ecc.) e a detector MS/MS? Inoltre, quali criteri permettono di separare gli effetti legati all'analisi strumentale (rivelazione, ionizzazione) da quelli derivanti dalla preparazione del campione?

Domanda 5:

Quando il "Refill di Azoto liquido" in un sistema NMR diventa un intervento straordinario? Descrivere la procedura, la sua importanza, le precauzioni di sicurezza da adottare e i commenti in merito.