

## TRACCIA 1

### Domande 1-10:

risposta corretta: 2 punti

risposta non data: 0 punti

risposta errata: - 1 punto

**1) Nello spettrometro NMR, il campo magnetico è generato da un superconduttore (criomagnete). Il superconduttore è immerso in:**

- (a) Elio liquido
- (b) Azoto liquido
- (c) Aria liquida
- (d) Idrogeno liquido

**2) Nella spettroscopia NMR, l'esperimento COSY:**

- (a) è esperimento di correlazione eteronucleare attraverso legami
- (b) è esperimento di correlazione omonucleare attraverso legami
- (c) evidenzia accoppiamenti di tipo  $^1J_{C-H}$
- (d) evidenzia accoppiamenti attraverso lo spazio

**3) Nella spettroscopia NMR, l'effetto nucleare overhauser dipende da:**

- (a) distanza spaziale fra nuclei magneticamente attivi dello stesso tipo
- (b) distanza attraverso i legami fra nuclei magneticamente attivi
- (c) distanza spaziale fra nuclei magneticamente attivi
- (d) nessuna delle risposte

**4) Le sospensioni di campioni solidi per IR (MIR) si preparano con:**

- (a) acqua
- (b) olio di paraffina
- (c) benzene
- (d) cicloesano

**5) In uno spettrofotometro UV-Vis si usano come sorgenti:**

- (a) solo lampade a filamento di Tungsteno
- (b) solo lampade a Deuterio
- (c) solo lampade a Neon
- (d) lampade a filamento di Tungsteno e lampade a Deuterio

**6) L'uso di sistema HPLC in una determinazione quantitativa di un composto ad interesse farmaceutico è definito correttamente quando?**

- (a) viene riportato il sistema di rivelazione
- (b) viene riportato il nome del produttore
- (c) viene riportato il tipo di iniettore
- (d) viene riportato il sistema di pompa/pompe

**7) Nella cromatografia liquida ad alta prestazione cosa si intende per miscelazione della fase mobile ad alta pressione?**

- (a) niente, il sistema funziona sempre ad elevate pressioni
- (b) i recipienti dei solventi che costituiscono la fase mobile sono pressurizzati con un gas inerte
- (c) un sistema di pompe, una per ogni solvente della fase mobile
- (d) una pompa che dispensa la fase mobile ad elevata pressione

**8) In HPLC quando è necessario eliminare il gas disciolto dai solventi della fase mobile?**

- (a) in caso di miscelazione della fase mobile con valvole proporzionatrici
- (b) non è necessario, in quanto l'aria atmosferica diffonderebbe subito
- (c) in caso di analisi di composti ossidabili con l'ossigeno atmosferico
- (d) è inutile, in quanto le pressioni di esercizio impediscono la fuoriuscita del gas disciolto

**9) La fase stazionaria in gas-cromatografia quali caratteristiche deve avere**

- (a) stabile alle temperature di esercizio
- (b) stabile in un ampio range di pH
- (c) resistenza meccanica
- (d) insolubile in acqua

**10) Cosa si intende con "tandem mass spectrometry"?**

- (a) analizzare un campione con due spettrometri di massa differenti;
- (b) frammentare uno ione isolato e analizzare i suoi frammenti
- (c) misurare la massa accurata
- (d) eseguire reazioni ione-molecola in sorgente ionica

**-Indicare le fasi in cui viene formalmente suddiviso un metodo generico spettrofotometrico per l'analisi quantitativa di sostanze di interesse farmaceutico (punti 6)**

**Identificare uno dei seguenti farmaci mediante i dati forniti alla pagina seguente (punti 4)**

- (a) Benzocaina (4-amminobenzoato di etile)
- (b) Fenacetina (N-(4-etossifenil)acetammide)
- (c) Eugenolo (4-allil-2-metossifenolo)

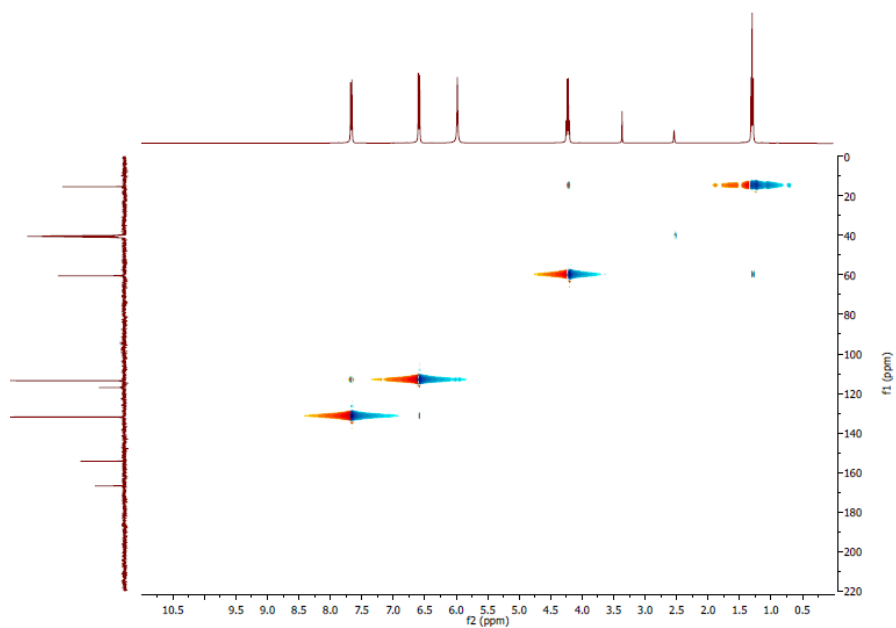
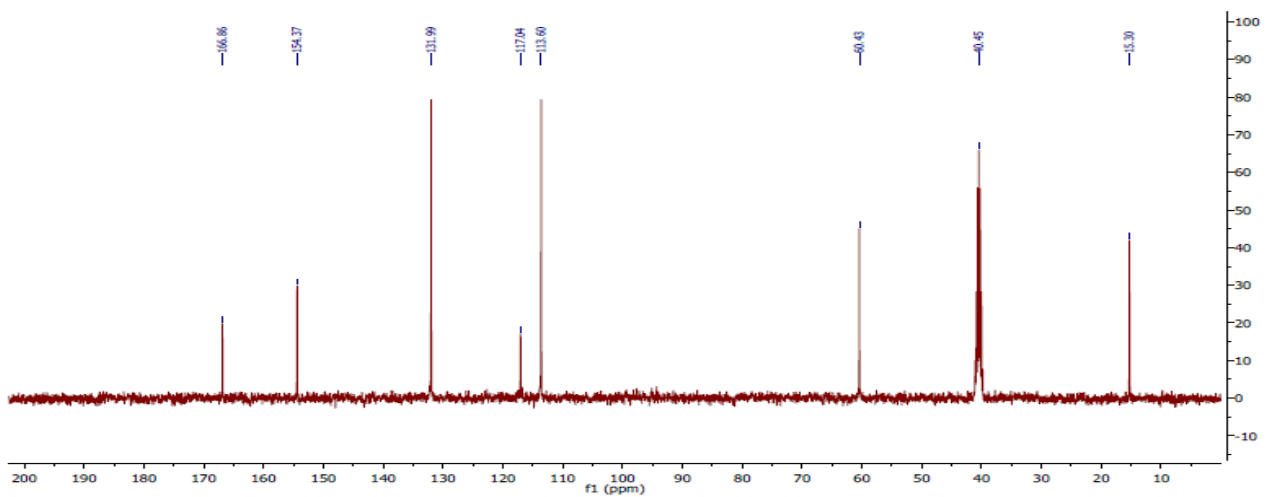
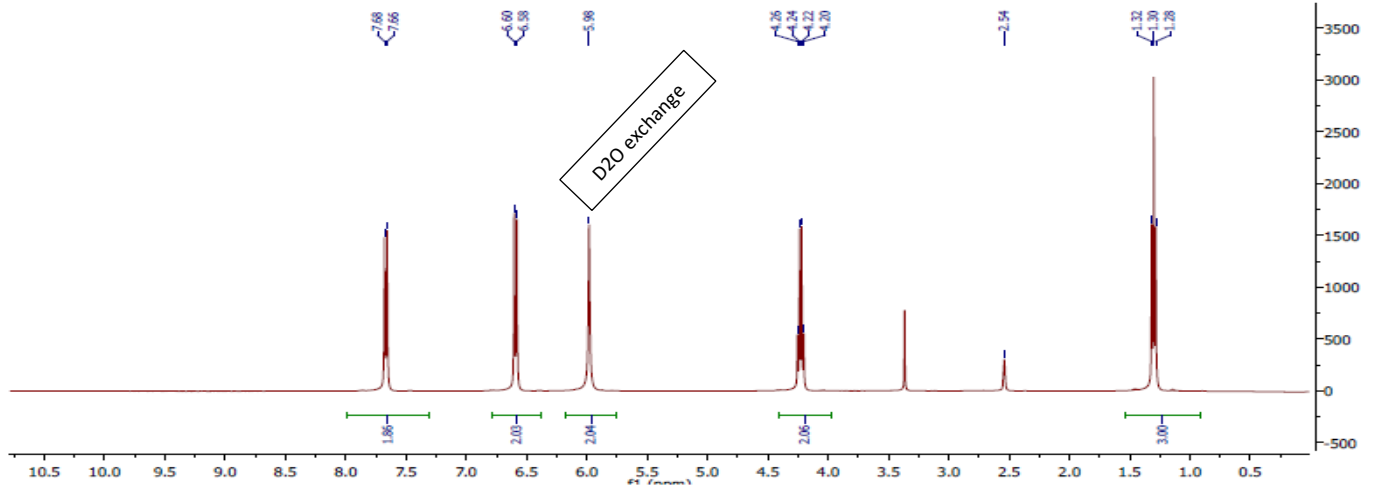
Chemical Formula: C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>

Exact Mass: 165,0790

<sup>1</sup>H-NMR 400MHz in DMSO-d<sub>6</sub>

<sup>13</sup>C-NMR 100 MHz in DMSO-d<sub>6</sub>

HSQC spectrum in DMSO-d<sub>6</sub>



## TRACCIA 2

### Domande 1-10:

risposta corretta: 2 punti

risposta non data: 0 punti

risposta errata: - 1 punto

#### 1) Nella spettroscopia NMR, l'effetto nucleare overhauser si osserva :

- (a) solo tra nuclei magneticamente attivi dello stesso tipo
- (b) solo tra nuclei magneticamente attivi di tipo diverso
- (c) tra nuclei magneticamente attivi
- (d) nessuna delle risposte precedenti

#### 2) Nella spettroscopia NMR, l'esperimento COSY :

- (a) evidenzia accoppiamenti fra protoni
- (b) è esperimento di correlazione eteronucleare attraverso legami
- (c) evidenzia accoppiamenti di tipo  $^2J$  C-H
- (d) evidenzia accoppiamenti attraverso lo spazio

#### 3) Nella spettroscopia NMR, l'esperimento HMBC:

- (a) evidenzia accoppiamenti  $^{2,3}J$  C-H
- (b) evidenzia accoppiamenti  $^1J$  H-H
- (c) evidenzia accoppiamenti omonucleari attraverso lo spazio
- (d) evidenzia accoppiamenti eteronucleari attraverso lo spazio

#### 4) Le celle per le determinazioni nell'UV è preferibile siano di:

- (a) plastica
- (b) vetro siliconico
- (c) vetro
- (d) quarzo o silice fusa

#### 5) Negli spettrofotometri FT-IR l'elemento disperdente è costituito da:

- (a) diode array
- (b) interferometro
- (c) prisma
- (d) reticolo a diffrazione

#### 6) In un sistema HPLC per la determinazione quantitativa di un composto ad interesse farmaceutico è sempre necessario?

- (a) un detector spettrofotometrico UV-VIS
- (b) un detector a schiera di diodi (DAD)
- (c) un comparto colonne termostato
- (d) nessuna delle risposte precedenti.

**7) In un sistema HPLC, in cui la miscelazione della fase mobile avviene a bassa pressione, come si controlla la composizione del gradiente di eluizione?**

- (a) attraverso i flussi delle pompe
- (b) attraverso l'apertura delle valvole proporzionatrici
- (c) preparando le opportune proporzioni dei solventi nei recipienti serbatoio
- (d) nessuna delle opzioni precedenti.

**8) In gas-cromatografia quale dei seguenti parametri è fondamentale per una efficiente separazione della miscela campione?**

- (a) la temperatura del forno contenente la colonna cromatografica
- (b) la temperatura dell'iniettore
- (c) la temperatura del detector
- (d) nessuna delle precedenti.

**9) Quale dei seguenti detector per gas-cromatografia non è distruttivo**

- (a) spettrometro di massa (MS)
- (b) electron capture detector (ECD)
- (c) azoto-fosforo detector (NPD)
- (d) flame ionization detector (FID).

**10) Il vuoto in uno spettrometro di massa viene garantito?**

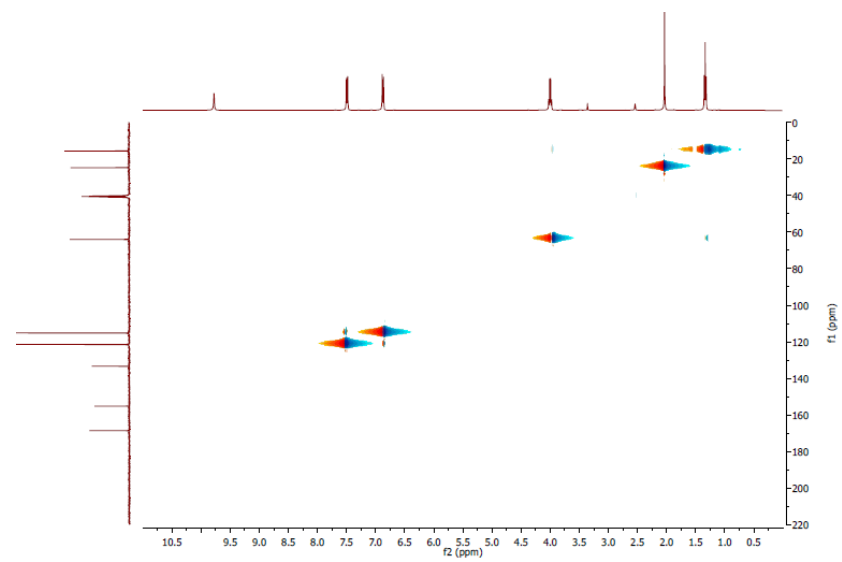
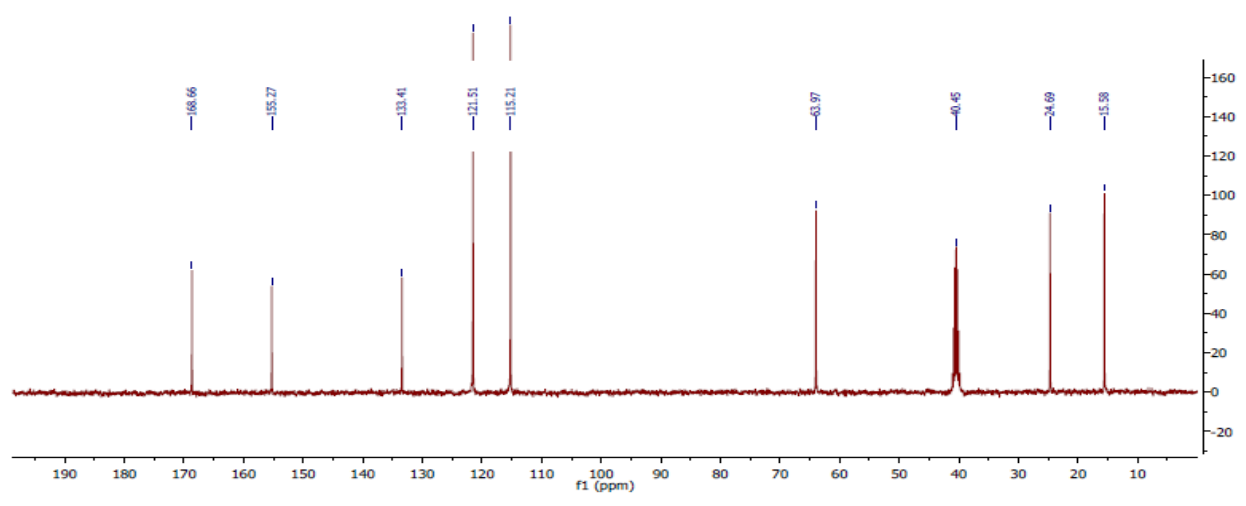
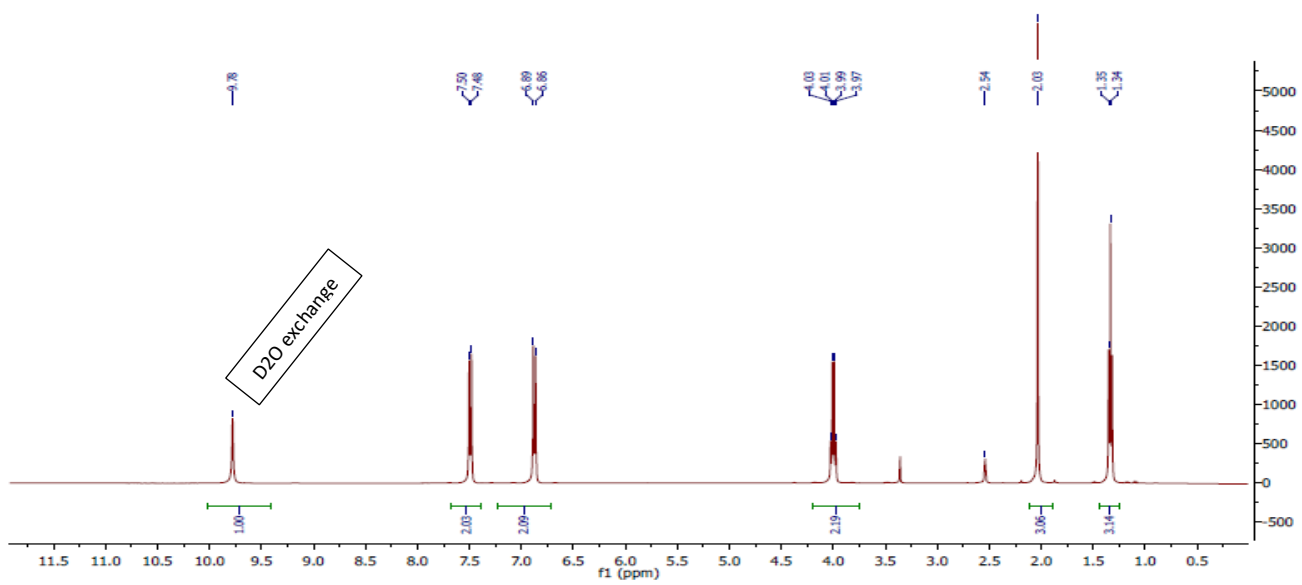
- (a) da un sistema di due pompe rotative
- (b) da un sistema di due pompe turbomolecolari
- (c) da un sistema di due pompe diffusive
- (d) nessuna delle precedenti

**Indicare i parametri fondamentali e le fasi salienti di un saggio di inibizione enzimatica condotto per via spettrofotometrica (punti 6)**

**Identificare uno dei seguenti farmaci mediante i dati forniti alla pagina seguente (punti 4)**

- (a) Benzocaina (4-amminobenzoato di etile)
- (b) Fenacetina (N-(4-etossifenil)acetammide)
- (c) Eugenolo (4-allil-2-metossifenolo)

Chemical Formula: C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>  
Exact Mass: 179,0946  
1H-NMR 400MHz in DMSO-d<sub>6</sub>  
13C-NMR 100 MHz in DMSO-d<sub>6</sub>  
HSQC spectrum in DMSO-d<sub>6</sub>



### TRACCIA 3. ESTRATTA per la PROVA SCRITTA

#### Domande 1-10:

risposta corretta: 2 punti

risposta non data: 0 punti

risposta errata: - 1 punto

#### 1) Nella spettroscopia NMR, la grandezza dell'effetto nucleare Overhauser è:

- (a) direttamente proporzionale al quadrato della distanza spaziale fra i nuclei
- (b) inversamente proporzionale al quadrato della distanza spaziale fra i nuclei
- (c) inversamente proporzionale alla sesta potenza della distanza spaziale fra i nuclei
- (d) inversamente proporzionale alla distanza attraverso i legami fra i nuclei

#### 2) Nella spettroscopia NMR, l'esperimento HSQC:

- (a) evidenzia accoppiamenti  $^1J_{C-H}$
- (b) è esperimento di correlazione omonucleare attraverso legami
- (c) evidenzia accoppiamenti  $^1J_{H-H}$
- (d) evidenzia accoppiamenti attraverso lo spazio

#### 3) Nella spettroscopia NMR, l'esperimento TOCSY:

- (a) è esperimento di correlazione eteronucleare con accoppiamento  $^2J_{C-H}$
- (b) è esperimento di correlazione omonucleare
- (c) evidenzia solo accoppiamenti  $^1J_{H-H}$
- (d) evidenzia accoppiamenti fra nuclei  $^1H$  dello stesso sistema di spin

#### 4) Gli spettrofotometri FT-IR:

- (a) sono a doppio raggio
- (b) sono monoraggio
- (c) hanno tempi di scansione lunghi
- (d) nessuno dei precedenti

#### 5) Il solvente più "trasparente" all'IR (MIR) è:

- (a) acqua
- (b) benzene
- (c) cicloesano
- (d) tetracloruro di carbonio

#### 6) Sostituendo la cella di flusso di un apparecchio HPLC su che parametro agisco?

- (a) sensibilità di rivelazione
- (b) flusso della fase mobile
- (c) volume d'iniezione del campione
- (d) composizione della fase mobile

**7) In un sistema HPLC preparativo devo purificare un grezzo di reazione. Per meglio separare i componenti sfrutto una cromatografia reversed phase in eluizione a gradiente. Per stabilire la raccolta delle frazioni in corrispondenza dell'eluizione dei vari componenti, quale dei seguenti detector è più adatto allo scopo**

- (a) un evaporative light scattering detector (ELSD)
- (b) un detector ad indice di rifrazione (RID)
- (c) un detector UV-VIS
- (d) nessuno dei precedenti

**8) La Spettrometria di Massa misura:**

- (a) la massa di una molecola
- (b) la massa di uno ione
- (c) il peso molecolare di una molecola
- (d) il rapporto massa/carica di uno ione

**9) In spettrometria di massa, quale dei seguenti analizzatori utilizza il tempo per separare gli ioni**

- (a) settore magnetico
- (b) quadrupolo lineare
- (c) time of flight
- (d) nessuno dei precedenti

**10) In gas-cromatografia sono generalmente analizzabili**

- (a) composti volatili termolabili
- (b) composti volatili termicamente stabili
- (c) tutti i composti indipendentemente dalla loro natura
- (d) nessuna delle precedenti

**Identificare uno dei seguenti farmaci mediante i dati forniti alla pagina seguente (punti 4)**

- (a) Benzocaina (4-amminobenzoato di etile)
- (b) Fenacetina (N-(4-etossifenil)acetammide)
- (c) Eugenolo (4-allil-2-metossifenolo)

**Procedure operative per la manutenzione ordinaria di uno spettrometro NMR (punti 6)**



Chemical Formula: C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>

Exact Mass: 164.0837

<sup>1</sup>H-NMR 400MHz in DMSO-d<sub>6</sub>

<sup>13</sup>C-NMR 100 MHz in DMSO-d<sub>6</sub>

HSQC spectrum in DMSO-d<sub>6</sub>

