

CONCORSO PUBBLICO PER TITOLI ED ESAMI PER LA COPERTURA DI N. 1 POSTO DI DIRIGENTE CHIMICO DISCIPLINA DI "CHIMICA ANALITICA" IN AZIENDA OSPEDALIERO-UNIVERSITARIA DI MODENA.

TRACCE PROVA PRATICA

Prova Pratica 1

In un laboratorio di controllo qualità si esegue una TLC per la verifica dell'identità e della purezza di un principio attivo in una preparazione magistrale. La piastra viene seminata a 10 mm dal bordo inferiore; le misure di migrazione sono riferite alla linea di semina. Le misure sono state eseguite con un righello con risoluzione $\pm 0,5$ mm; l'incertezza standard su ciascuna misura di distanza è $u = 0,3$ mm ($k = 1$).

Grandezza	Valore
Distanza fronte solvente dalla linea di semina (L)	100,0 mm
Migrazione sostanza in esame (d_x)	65,0 mm
Migrazione sostanza di riferimento (d_{rif})	64,0 mm
Migrazione impurezza A (d_A)	19,0 mm
Migrazione impurezza B (d_B)	57,0 mm
Criterio identità	$ R_{F_x} - R_{F_{rif}} \leq 0,05$
Limite separazione impurezze	$ R_{F_x} - R_{F_{imp}} \geq 0,10$

Il candidato, esplicitando formule e passaggi logici anche senza l'uso della calcolatrice:

- 1) descriva sinteticamente i principi della TLC, il significato del fattore R_F , il ruolo del punto di semina nella corretta esecuzione della prova e le sue applicazioni nel controllo qualità galenico;
- 2) calcoli i valori di R_F della sostanza in esame della sostanza di riferimento e delle due impurezze;
- 3) valuti la conformità dell'identità e la separazione delle due impurezze dal picco principale.

Prova pratica n. 2

In un laboratorio di controllo qualità si esegue una TLC per la verifica dell'identità e della purezza di un principio attivo in una preparazione magistrale. La piastra viene seminata a 10 mm dal bordo inferiore; le misure di migrazione sono riferite alla linea di semina. Le misure sono state eseguite con un righello con risoluzione $\pm 0,5$ mm; l'incertezza standard su ciascuna misura di distanza è $u = 0,3$ mm ($k = 1$).

Grandezza	Valore
Distanza fronte solvente dalla linea di semina (L)	100,0 mm
Migrazione sostanza in esame (d_x)	65,0 mm

Il candidato, esplicitando formule e passaggi logici anche senza l'uso della calcolatrice:

1. applichi la propagazione dell'incertezza al calcolo di $R_F \cdot x$, ricavando autonomamente la formula appropriata a partire dalla definizione di $R_F = d/L$ e dal principio generale di propagazione delle incertezze per grandezze indipendenti;
2. esprima il risultato $R_F \cdot x$ nella forma $R_F \pm U$ con $k = 2$ (confidenza 95%);
3. indichi tre fattori sperimentali che influenzano la riproducibilità del valore di R_F tra diverse analisi analitiche e le relative azioni preventive, discutendo l'impatto di ciascuno sull'incertezza del risultato.

Prova pratica n. 3

In un laboratorio di controllo qualità si esegue la validazione di un metodo HPLC-UV per la determinazione quantitativa di un principio attivo in una preparazione magistrale liquida. Il sistema cromatografico è equipaggiato con colonna a fase inversa C18, rivelatore UV a lunghezza d'onda fissa.

I dati sperimentali sono i seguenti:

- per il calcolo del limite di rilevabilità (LOD) e del limite di quantificazione (LOQ), mediante regressione del segnale sul bianco, sono state considerate 10 misure. La deviazione standard del segnale del bianco è risultata pari a 0,42 mAU, mentre la pendenza della curva di calibrazione è pari a 14,0 mAU·mL/μg;
- per la valutazione della ripetibilità vengono riportati le aree di 6 iniezioni di uno standard a concentrazione nota, pari a 50,0 μg/mL:
 - ✓ Area picco prima iniezione 4.182 (mAU·min)
 - ✓ Area picco seconda iniezione 4.210 (mAU·min)
 - ✓ Area picco terza iniezione 4.195 (mAU·min)
 - ✓ Area picco quarta iniezione 4.223 (mAU·min)
 - ✓ Area picco quinta iniezione 4.187 (mAU·min)
 - ✓ Area picco sesta iniezione 4.203 (mAU·min)

Il candidato, esplicitando formule e passaggi logici anche senza l'uso della calcolatrice:

1. descriva sinteticamente i principi della cromatografia HPLC a fase inversa e il significato dei parametri di system suitability;
2. calcoli il LOD e il LOQ del metodo;
3. calcoli il coefficiente di variazione percentuale (CV%) e valuti la ripetibilità del metodo sapendo che il criterio di accettabilità è $CV\% \leq 2,0\%$;