

# SELEZIONE N. 2024N63 - QUESITI COLLOQUIO

9

## BUSTA 1

**Quesito 1** L'immagine sottostante riproduce parte d'i un foglio di lavoro su cui sono riportati i risultati di analisi ripetute di due materiali di riferimento (*reference material o standard*), ottenuti in una sessione di analisi dello spettrometro di massa a rapporto isotopico del nostro laboratorio. Per questa sessione di analisi lo spettrometro di massa era accoppiato con un Elemental Analyzer.

La colonna "analysis" riporta un numero univoco di analisi dello strumento;

La colonna "sample" riporta il nome dichiarato del campione;

La colonna "weight" riporta il peso in mg.

Il candidato/La candidata illustri come potrebbero essere interpretate le altre colonne e i valori riportati?

Analysis	sample	weight	peak 45	area 45	d13C	lin ok	blk ok
52021	CH 6	0.057	9148	1.963	31.423	31.12	31.36
52035	CH 6	0.107	16066	3.494	31.548	31.01	31.14
52049	CH 6	0.064	10689	2.313	31.219	30.86	31.06
52064	CH 6	0.067	9830	2.129	31.176	30.85	31.06
52079	CH 6	0.066	10245	2.218	31.215	30.88	31.08
52094	CH 6	0.071	10451	2.25	31.461	31.12	31.32
52109	CH 6	0.061	9994	2.149	31.398	31.07	31.28
52123	CH 6	0.059	9948	2.14	31.098	30.77	30.98
<b>CH-6, N = 8</b>							
Aver →					31.32	30.96	31.16
Stdev →					0.16	0.14	0.14
52022	CH 7	0.047	13496	2.913	9.462	9.02	8.96
52036	CH 7	0.031	8515	1.83	9.213	8.93	8.85
52050	CH 7	0.036	10217	2.207	9.121	8.78	8.71
52065	CH 7	0.035	10992	2.374	9.177	8.81	8.75
52080	CH 7	0.04	13564	2.95	9.311	8.86	8.81
52095	CH 7	0.041	12636	2.733	9.397	8.98	8.92
52110	CH 7	0.034	10064	2.166	9.238	8.91	8.83
52124	CH 7	0.041	14161	3.061	9.487	9.02	8.97
<b>CH-7, N = 8</b>							
Aver →					9.30	8.91	8.85
Stdev →					0.14	0.09	0.10

9

**Quesito 2** Per quanto riguarda le problematiche connesse alla sicurezza in laboratorio, il/la candidato/a esponga come vengono classificate le sostanze e le miscele chimiche. Si faccia un esempio di sostanza classificata ed etichettata come pericolosa dalle norme vigenti.

### **Accertamento conoscenze informatiche**

Il candidato/La candidata illustri come può essere giustificato un testo con word-Office, quali pulsanti vengono utilizzati e come vengono applicati.

### **Accertamento conoscenze linguistiche**

La candidata/il candidato legga e traduca il seguente estratto da un lavoro scientifico su temi inerenti alla spettrometria di massa a rapporto isotopico, applicata a problemi di geologici o ambientali:

*Since the early 1950s, the number of international measurement standards for anchoring stable isotope delta scales has mushroomed from 3 to more than 30, expanding to more than 25 chemical elements. With the development of new instrumentation, along with new and improved measurement procedures for studying naturally occurring isotopic abundance variations in natural and technical samples, the number of internationally distributed, secondary isotopic reference materials with a specified delta value has blossomed in the last six decades to more than 150 materials.*  
(Brand et al., 2014, DOI 10.1515/pac-2013-1023)

## BUSTA 2

10

**Quesito 1** L'immagine sottostante riproduce parte di un foglio di lavoro su cui sono riportati i risultati di analisi ripetute di un materiale di riferimento (*reference material* o *standard*), ottenuti in una sessione di analisi dello spettrometro di massa a rapporto isotopico del nostro laboratorio. Per questa sessione di analisi lo spettrometro di massa era accoppiato con un dispositivo a bagno d'acido (GasBench II).

La colonna "analysis" riporta un numero univoco di analisi dello strumento;

La colonna "sample" riporta il nome dichiarato del campione;

La colonna "weight" riporta il peso in mg.

Come potrebbero essere interpretate le altre colonne e i valori riportati?

Analysis	sample	weight	Peak 45	d13C	d18O
72937	MAQ1	0.211	6530	45.68	41.82
72938	MAQ1	0.235	7477	45.66	41.74
72945	MAQ1	0.347	10991	45.61	41.78
72953	MAQ1	0.287	9137	45.65	41.74
72961	MAQ1	0.227	7244	45.68	41.71
72969	MAQ1	0.257	8102	45.64	41.71
72977	MAQ1	0.205	6667	45.64	41.66
72985	MAQ1	0.256	8445	45.63	41.65
72993	MAQ1	0.204	6695	45.64	41.64
73001	MAQ1	0.263	8551	45.64	41.63
73005	MAQ1	0.238	7878	45.66	41.61
73006	MAQ1	0.388	12573	45.68	41.65
			<b>Maq 1, N = 12</b>		
				d13C	d18O
			Media →	45.65	41.69
			dev st →	0.02	0.07
			<b>Maq 1, nominal</b>		
				d13C	d18O
			Media →	2.58	-1.15
			Stdev →	0.05	0.07

**Quesito 2** Per quanto riguarda le problematiche connesse alla sicurezza in laboratorio, il/la candidato/a esponga quali sono le informazioni contenute nella scheda di sicurezza di un prodotto chimico.

### **Accertamento conoscenze informatiche**

Il candidato/La candidata illustri le principali formule contenute in Excell-Office. Come può essere immessa una formula.

### **Accertamento conoscenze linguistiche**

La candidata/il candidato legga e traduca il seguente estratto da un lavoro scientifico su temi inerenti alla spettrometria di massa a rapporto isotopico, applicata a problemi di geologici o ambientali:

*Since the pioneering work by Emiliani and Shackleton, the carbon and oxygen stable isotopes of carbonates have been of major importance in geological and environmental sciences. Palaeoceanographic and terrestrial climate research (e.g. on secondary cave carbonates or lacustrine sediments) routinely make use of the  $\delta^{13}C$  and  $\delta^{18}O$  of carbonates as climate proxies.*

(Breeitenbach and Bernasconi, 2011, DOI: 10.1002/rcm.5052)

## BUSTA 3

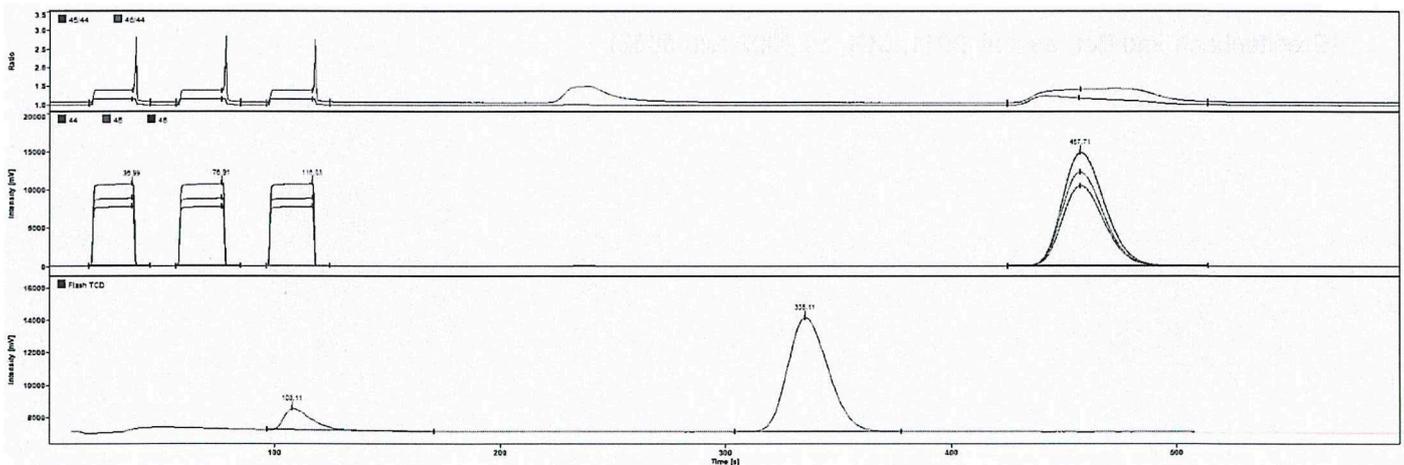
19

**Quesito 1** L'immagine sottostante riproduce l'output di una analisi dello spettrometro di massa accoppiato con Elemental Analyzer. L'immagine è uno screenshot dal software "Isodat", comunemente usato nel controllo degli strumenti di questo tipo.

- La traccia inferiore riporta la risposta del sensore TCD dell'Elemental Analyzer;
- La traccia intermedia riporta la risposta di tre recettori dello spettrometro di massa a rapporto isotopico, posizionati opportunamente per ricevere molecole ionizzate con  $m/z = 44, 45$  e  $46$ ;

- La traccia in alto riporta i rapporti tra i valori rilevati delle masse  $46/44$  e  $45/44$ .

1) Come potrebbe essere interpretato il grafico, che unità di misura dovrebbero comparire sugli assi, cosa potrebbero significare le diverse letture non nulle che si osservano in ognuna delle tracce?



p

**Quesito 2** Per quanto riguarda le problematiche connesse alla sicurezza in laboratorio, il/la candidato/a esponga sulla funzione dei DISPOSITIVI DI PROTEZIONE INDIVIDUALE (DPI). In particolare le caratteristiche dei DPI a protezione delle vie respiratorie.

#### **Accertamento conoscenze informatiche**

Il candidato/La candidata illustri le modalità in cui può essere formattato un testo in word. Con quali elementi grafici può essere corredato

#### **Accertamento conoscenze linguistiche**

La candidata/il candidato legga e traduca il seguente estratto da un lavoro scientifico su temi inerenti alla spettrometria di massa a rapporto isotopico, applicata a problemi di geologici o ambientali:

*Online sample preparation and continuous-flow isotope ratio mass spectrometry (IRMS) with multi-loop injection procedures are now widely applied analytical techniques, because they allow precise and accurate measurements at high sample throughput. The samples sizes used in analytical systems for carbonates described in the literature are generally larger than ca. 50 µg, with an external precision of ca. 0.05–0.10%. Unfortunately, sample size is often a limiting factor in studies of many climate records.*

(Breeitenbach and Bernasconi, 2011, DOI: 10.1002/rcm.5052)

## BUSTA 4

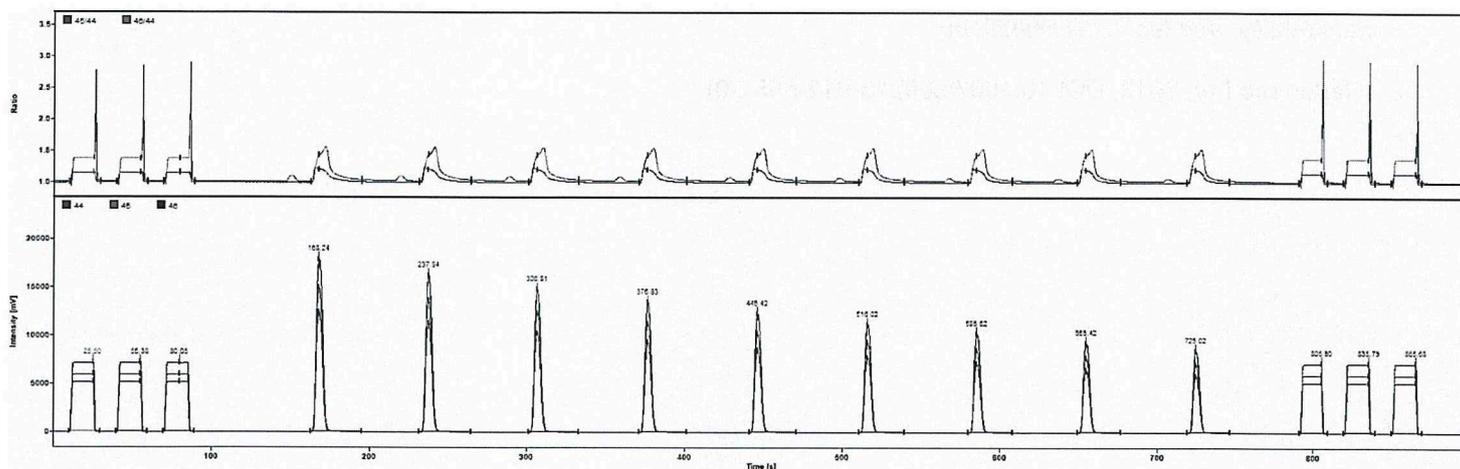
10

**Quesito 1** L'immagine sottostante riproduce l'output di una analisi dello spettrometro di massa accoppiato con GasBench (dispositivo a bagno acido per lo sviluppo della CO<sub>2</sub> da carbonati). L'immagine è uno screenshot dal software "Isodat", comunemente usato nel controllo degli strumenti di questo tipo.

- La traccia inferiore riporta la risposta di tre recettori dello spettrometro di massa a rapporto isotopico, posizionati opportunamente per ricevere molecole ionizzate con  $m/z = 44, 45$  e  $46$ ;

- La traccia in alto riporta i rapporti tra i valori rilevati delle masse  $46/44$  e  $45/44$ .

Come potrebbe essere interpretato il grafico, che unità di misura dovrebbero comparire sugli assi, cosa potrebbero significare le diverse letture non nulle che si osservano in ognuna delle tracce?



**Quesito 2** Per quanto riguarda le problematiche connesse alla sicurezza in laboratorio, il/la candidato/a esponga sulla funzione della SEGNALETICA DI SICUREZZA. Caratteristiche generali ed in particolare della segnaletica di forma rotonda.

### **Accertamento conoscenze informatiche**

Quali formati possono avere le celle in excell. Come è possibile modificare un formato.

### **Accertamento conoscenze linguistiche**

La candidata/il candidato legga e traduca il seguente estratto da un lavoro scientifico su temi inerenti alla spettrometria di massa a rapporto isotopico, applicata a problemi di geologici o ambientali:

*The need for inter-laboratory comparability is crucial to facilitate the globalisation of scientific networks and the development of international databases to support scientific and criminal investigations. This article considers what lessons can be learned from a series of inter-laboratory comparison exercises organised by the Forensic Isotope Ratio Mass Spectrometry (FIRMS) network in terms of reference materials (RMs), the management of data quality, and technical limitations.*

(Carter and Fry, 2013, DOI 10.1007/s00216-012-6551-0)

## BUSTA 5

19

**Quesito 1** Quali reagenti, gas tecnici e materiali di riferimento (standard) è opportuno avere a disposizione nell'allestimento di un laboratorio di spettrometria di massa a rapporto isotopico che si occupi di analisi del  $\delta^{13}\text{C}$  e  $\delta^{18}\text{O}$  di carbonati?

**Quesito 2** Per quanto riguarda le problematiche connesse alla sicurezza in laboratorio, il/la candidato/a esponga sulla funzione del "preposto".

### Accertamento conoscenze informatiche

Quale programma del pacchetto Office viene utilizzato per creare presentazione. Il candidato/La candidata illustri le principali funzioni e modalità di presentazione.

### Accertamento conoscenze linguistiche

La candidata/il candidato legga e traduca il seguente estratto da un lavoro scientifico su temi inerenti alla spettrometria di massa a rapporto isotopico, applicata a problemi di geologici o ambientali:

*In 1985, the primary recommendation of a Consultants' Group Meeting of the International Atomic Energy Agency (IAEA) was that a new (Vienna Peedee Belemnite) VPDB  $\delta^{13}\text{C}$  scale be established with NBS 19 carbonate assigned to be +1.95% as its single anchor. This recommendation improved  $\delta^{13}\text{C}$  measurement uncertainties, especially those of materials with  $\delta^{13}\text{C}$  values near 0%. A fundamental problem remained that materials with  $\delta^{13}\text{C}$  values far from 0%, such as NBS 22 oil, had much poorer uncertainties.*

(Coplen et al., 2006, DOI: 10.1002/rcm.2727)

## BUSTA 6

9

**Quesito 1** Quali reagenti, gas tecnici e materiali di riferimento (standard) è opportuno avere a disposizione nell'allestimento di un laboratorio di spettrometria di massa a rapporto isotopico che si occupi di analisi del  $\delta^{13}\text{C}$  e  $\delta^{15}\text{N}$  di materiali organici di tipo geologico e/o archeologico?

**Quesito 2** Per quanto riguarda le problematiche connesse alla produzione dei rifiuti in laboratorio, il/la candidato/a esponga la definizione di rifiuto secondo il D.Lgs. 152/06 e la principale classificazione. Cosa si intende con la sigla RAEE?

### Accertamento conoscenze informatiche

Il candidato/La candidata illustri il significato dei seguenti codici standard di errore in excell:

- a) #####
- b) #NUM!
- c) #RIF!
- d) #VALORE!

### Accertamento conoscenze linguistiche

La candidata/il candidato legga e traduca il seguente estratto da un lavoro scientifico su temi inerenti alla spettrometria di massa a rapporto isotopico, applicata a problemi di geologici o ambientali:

*Following recommendations of the Commission on Isotopic Abundances and Atomic Weights in August 2005 at the 43<sup>rd</sup> General Assembly of IUPAC in Beijing, and recommendations of an IAEA panel:*

1.  $\delta^{13}\text{C}$  values of all carbon-bearing materials should be measured and expressed relative to VPDB on a scale normalized by assigning consensus values of -46.6‰ to L-SVEC lithium carbonate and +1.95‰ to NBS 19 calcium carbonate.
2. Authors should clearly state so in their reports.

(Coplen et al., 2006, DOI: 10.1002/rcm.2727)

## BUSTA 7

**Quesito 1** Quali strumenti, reagenti e materiali potrebbero essere necessari in un laboratorio per la preparazione di campioni da analizzare con uno spettrometro di massa a rapporto isotopico?

I campioni che ci si trova ad analizzare più comunemente sono:

- rocce, suoli e sedimenti;
- fossili carbonatici;
- fossili a composizione carboniosa (carbone o resti vegetali carbonizzati);
- piante, resine e resine fossili (ambra);
- resti archeologici quali malte o collagene ricavato da ossa di animali.

**Quesito 2** Per quanto riguarda le problematiche connesse alla produzione dei rifiuti in laboratorio, il/la candidato/a esponga le modalità di attribuzione del codice E.E.R./C.E.R. Considerando di avere come rifiuto una soluzione di acido cloridrico al 30% e una soluzione di acetone al 40% il/la candidato/a esponga come procedere per una corretta raccolta in laboratorio.

### **Accertamento conoscenze informatiche**

Il candidato/La candidata illustri come si crea un grafico in excell.

### **Accertamento conoscenze linguistiche**

La candidata/il candidato legga e traduca il seguente estratto da un lavoro scientifico su temi inerenti alla spettrometria di massa a rapporto isotopico, applicata a problemi di geologici o ambientali:

*Carbonate minerals provide a rich source of geochemical information because their  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{18}\text{O}$  values provide information about surface and subsurface Earth processes. However, a significant problem is that the same  $\delta^{18}\text{O}$  value is not reported for the identical carbonate sample when analyzed in different isotope laboratories in spite of the fact that the International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) has provided reporting guidelines for two decades.*

(Kim et al., 2015, DOI: 10.1016/j.gca.2015.02.011)



**Quesito 1** Al laboratorio viene richiesto di analizzare il  $\delta^{13}\text{C}$  di 6 campioni di carbone, già preparati come polvere e decarbonatati (eventuali carbonati sono stati rimossi con un trattamento in acido). I campioni sono quindi pronti per essere pesati in capsule di stagno e caricati sull'autocampionatore di un Elemental Analyzer.

I campioni devono essere analizzati in una sequenza, che oltre ai campioni contenga ad esempio materiali di riferimento (standard).

Quali altri materiali andrebbero inseriti in una sequenza di analisi, in che ordine e in che quantità?

**Quesito 2** Per quanto riguarda le problematiche connesse alla produzione dei rifiuti in laboratorio, il/la candidato/a esponga le operazioni per una corretta raccolta in laboratorio, etichettatura e trasporto in deposito temporaneo dei rifiuti di origine chimica prodotti in laboratorio.

### Accertamento conoscenze informatiche

Il candidato/La candidata illustri il significato dei seguenti simboli in excell e quando vengono utilizzati:

- a) \$
- b) ()
- c) ' (apostrofo)

### Accertamento conoscenze linguistiche

La candidata/il candidato legga e traduca il seguente estratto da un lavoro scientifico su temi inerenti alla spettrometria di massa a rapporto isotopico, applicata a problemi di geologici o ambientali:

*The initial reference materials for H, C, O isotope measurements, Pee Dee Belemnite (known widely as PDB) and Standard Mean Ocean Water (SMOW) have long been exhausted. However, they can be linked with the present virtual VPDB and VSMOW isotopic scales through careful cross-measurements between original/current reference materials and their newest alternatives.*

*Two generations of reference materials have been successively proposed by the International Atomic Energy Agency to realize the VPDB and VSMOW isotopic scales.*

(Hillarie-Marcel et al., 2021 DOI: 10.1038/s43017-021-00209-0)