

Sistema di Spettrometria di massa a plasma accoppiato induttivamente (ICP-MS) e cromatografo liquido ad ultra-alte prestazioni (UHPLC) per la determinazione di elementi in traccia ed ultratraccia e loro speciazione

REQUISITI DI MINIMA E CARATTERISTICHE TECNICHE DELLE APPARECCHIATURE RICHIESTE

OGGETTO DELLA GARA

La gara ha per oggetto la fornitura, l'installazione, la messa in funzione, il training e l'assistenza post installazione di:

1-A) Spettrometro di Massa al Plasma Accoppiato Induttivamente (ICP-MS), composto da:

- autocampionatore
- sistema di introduzione del campione;
- sistema di vuoto;
- sistema di raffreddamento;
- sorgente di ioni al plasma accoppiato induttivamente;
- interfaccia plasma/spettrometro di massa ed ottica ionica;
- focalizzazione del fascio ed eliminazione delle specie neutre;
- Spettrometro di Massa - Sistema di abbattimento delle interferenze;
- sistema di eliminazione delle interferenze poliatomiche e isobariche basato su cella di reazione/collisione;
- quadrupolo analizzatore;
- rivelatore di massa;
- SW e PC di gestione;
- Video e stampante;
- Soluzioni standard.

1-B) Cromatografo liquido ad ultra-alte prestazioni (UHPLC) per speciazione, composto da:

- Pompa binaria ad alte prestazioni con miscelazione in alta pressione;
- autocampionatore;
- modulo di termostatazione per colonne;
- sistema di degasaggio mediante vuoto per tre solventi;
- modulo di switching valve;
- SW e gestione dei parametri strumentali.
- Soluzioni standard.

La strumentazione oggetto della presente fornitura sarà collocata presso i locali della “camera bianca” della Struttura Complessa di Chimica - sede di Foggia dell’Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Puglia e della Basilicata (di seguito IZS-PB).

CARATTERISTICHE INDISPENSABILI DELLA FORNITURA

Tutti gli elementi descritti nelle seguenti sezioni 2-A), 2-B), 3 e 4 rappresentano, a pena d'esclusione, la configurazione minima richiesta della fornitura a cui l'Offerente dovrà conformarsi nella sua offerta.

2 - Caratteristiche tecniche e funzionali delle Strumentazioni

2-A) Spettrometro di Massa al Plasma Accoppiato Induttivamente (ICP-MS)

L'Offerente dovrà formulare la propria offerta tecnica prevedendo la seguente configurazione minima dello strumento:

- ICP-MS, di tipo a quadrupolo, da banco, costituito da un sistema di introduzione del campione, sorgente di ioni al plasma, interfaccia plasma ottica ionica, analizzatore di massa quadrupolare, rivelatore di massa.
- Lo strumento dovrà possedere almeno un sistema ortogonale (90°) a valle del plasma per migliorare la selezione degli ioni e/o delle masse.
- La fornitura dovrà essere completa di autocampionatore, sistema di raffreddamento e stazione di controllo ed elaborazione dati.
- Lo strumento dovrà essere in grado, **pena esclusione**, di contare e speciare dimensionalmente le nanoparticelle con la tecnica di *Single Particle* ICP-MS.

2.A.1) autocampionatore

L'autocampionatore deve essere di tipo X-Y-Z, dotato di adeguata copertura realizzata in materiali resistenti alla corrosione in grado di prevenire la diffusione di vapori acidi nell'ambiente di lavoro.

L'autocampionatore, **pena esclusione**, deve essere realizzato in materiali resistenti alla corrosione e che non contengano metalli nelle parti a contatto con i campioni e deve essere controllato dal software dello spettrometro di massa e deve essere in grado, **pena esclusione**, di:

- eseguire una sequenza di campionamento o di accedere, con semplice comando del software, ad un campione casuale prioritario.
- muovere il *probe* in tre direzioni X, Y e Z, tramite un braccio mobile comandato da un motore "passo-passo" ad elevata precisione in grado di velocizzare al massimo i passaggi da un campione all'altro (tempo di spostamento non superiore ai 3 secondi da un campione al successivo).
- garantire il continuo lavaggio dell'ago di campionamento, tra un campione e l'altro o durante i tempi morti di campionamento, per ridurre al minimo gli effetti memoria per mezzo di una pompa peristaltica
- Capacità di caricare almeno 100 campioni e possibilità di utilizzare contenitori di diversa tipologia (tipicamente flaconi da 50 o 15 ml).
- Dovrà essere dotato di doppia stazione di lavaggio indipendenti l'una dall'altra.
- Dovrà essere svincolato dallo strumento in fase di analisi del campione, cosicché l'ago ritorni nella posizione di lavaggio una volta partita l'analisi del campione con l'ICP-MS.
- Deve prevedere la possibilità di ottimizzazione dell'altezza di pescaggio.
- Deve consentire la riduzione dei tempi di introduzione del campione

2.A.2) Sistema di introduzione del campione

La camera di nebulizzazione e il nebulizzatore, devono essere resistenti ai solventi, agli acidi e a basi concentrati; in particolare la fornitura deve comprendere una camera ciclonica, un nebulizzatore di tipo concentrico ed un iniettore resistenti a soluzioni a base di Acido Fluoridrico 1%, deve inoltre essere corredato di sistema di diluizione aerosol fino a 100 x. Nella fornitura deve essere compreso inoltre il

sistema di controllo della temperatura nella camera di nebulizzazione mediante dispositivo termoelettrico ad effetto Peltier controllato dal software dello strumento. La pompa peristaltica deve essere almeno a 3 vie per campionamento, drenaggio ed aggiunta on-line dello standard interno.

2.A.3) Sistema di vuoto

Lo strumento dovrà essere dotato di un sistema di vuoto costituito da una pompa turbo molecolare e una pompa rotativa. Quest'ultima dovrà essere dotata di un circuito di adeguata lunghezza e di controllo remoto che consenta il posizionamento all'esterno dell'area controllata.

2.A.4) Sistema di raffreddamento

Il sistema di raffreddamento, a circuito chiuso, deve poter operare a temperature ambientali non inferiori a 5 °C e non superiori ai 40 °C ed essere gestito automaticamente dal software dello spettrometro di massa e deve essere dotato di circuito di lunghezza sufficiente (almeno 5 metri) per il posizionamento all'esterno.

2.A.5) Sorgente di ioni al plasma accoppiato induttivamente

Generatore a Radio Frequenza (RF) a potenza variabile da 500 a 1500 Watt, operante ad una frequenza di 27 MHz o maggiore.

Il plasma deve operare in condizioni di plasma freddo senza richiedere l'ausilio di dispositivi aggiuntivi esterni.

Lo strumento dovrà essere fornito con una torcia componibile con possibilità di montare diverse tipologie di iniettori, differenti per materiale e per dimensione del diametro interno, oppure possibilità di cambio in toto del corpo torcia. Lo strumento, inoltre, deve essere corredato di sistema di allineamento X-Y-Z della torcia in automatico e gestito dal software.

2.A.6) Interfaccia plasma/spettrometro di massa e ottica ionica

L'interfaccia plasma/spettrometro di massa deve essere costituita da almeno 2 coni di campionamento, *skimmer cone* e *sampler cone* interamente in nickel. Inoltre, la fornitura deve comprendere, **pena esclusione**, un set aggiuntivo di coni in platino. Si richiede un diametro minimo per lo *skimmer cone* pari a 0.4 mm, mentre per il *sampler cone* si richiede un diametro minimo pari a 1.0 mm.

2.A.7) Focalizzazione del fascio ed eliminazione delle specie neutre

L'ottica ionica dovrà garantire il trasporto degli ioni all'analizzatore multipolo eliminando le specie neutre dal fascio ionico.

2.A.8) Spettrometro di Massa - Sistema di abbattimento delle interferenze

Lo spettrometro di massa dovrà essere dotato di una cella di reazione/collisione di abbattimento delle interferenze siano esse poliatomiche che isobariche senza dover ricorrere ad equazioni di correzione.

La cella dovrà essere preceduta o integrata da un'ottica ionica quadrupolare preferibilmente in grado di operare sia in modalità scanning che a potenziale fisso, in grado di stabilire una banda passante nell'intorno dell'analita o di selezionare almeno una ristretta banda nell'intorno di una sola massa diversa da quella sintonizzata sul quadrupolo analizzatore.

2.A.9) Sistema di eliminazione delle interferenze poliatomiche e isobariche basato su cella di Collisione e Reazione

Questo sistema deve garantire:

- riduzione degli interferenti poliatomici utilizzando la discriminazione di energia cinetica (KED);
- riduzione degli interferenti attraverso l'utilizzo di banda passante variabile;

- possibilità di operare una selezione delle masse prima della cella di collisione e reazione o all'interno della stessa, mediante l'esclusione di ioni con rapporto massa carica maggiore o inferiore a quello dell'analita;
- possibilità di utilizzo in cella di gas puri reattivi.
- la determinazione di analiti nella forma ossido (es: AsO, SeO, UO₂).
- lo spostamento dell'interferente (es. WO per Hg, MoO per Cd).
- il controllo degli addotti ionici (es. complessi ammoniacali).
- I gas utilizzati dovranno essere almeno **2** (due) e controllati da Mass Flow Controller (MFC), di cui uno dei due deve essere in grado di gestire ammoniaca pura (NH₃).

2.A.10) Quadrupolo analizzatore

Il quadrupolo analizzatore deve poter operare, **pena esclusione**, almeno nell'intervallo 2–270 amu (per consentire determinazione dell'uranio in forma UO₂), con risoluzione variabile almeno da 0,3 a 1 amu.

Deve operare in un campo avente una frequenza di lavoro di almeno 2 MHz e deve garantire un'elevata velocità di scansione e nello spostamento discreto fra 2 o più isotopi.

2.A.11) Rivelatore di massa

Il rivelatore deve avere un intervallo dinamico lineare di almeno 10 ordini di grandezza, con elettronica in grado di determinare la modalità di rilevazione del segnale (analogico o digitale) in funzione della concentrazione allo scopo di limitare l'usura del rivelatore stesso.

Il suddetto intervallo dinamico lineare dovrà essere garantito in tutte le modalità di lavoro dello strumento.

2.A.12) Hardware e Software

La fornitura dovrà comprendere tutti moduli hardware/software necessari al corretto funzionamento della strumentazione; in primis deve essere fornito un PC con processore $\geq$ Intel i5 o simile con memoria RAM $\geq$ 4 GB, doppio disco fisso $\geq$ 500 GB, lettore ottico DVD R/W, corredato di monitor a colori LCD 19" 4:3, mouse, stampante obbligatoriamente a getto d'inchiostro a colori, in grado di stampare formati A4 e A3, anche in modalità fronte-retro, dotata di scheda di rete e di tutti gli altri componenti che ne permettano l'utilizzo interfacciato alla macchina.

Il software di gestione dati, operante in ambiente Windows 7, o simile, deve esser in grado di:

- controllare i componenti;
- ottimizzare i parametri operativi;
- controllare tutti i gas (inclusi quelli di reazione che confluiscono nella cella) che alimentano l'ICP-MS con regolatori di flusso-pressione;
- eseguire analisi semi-quantitative;
- stampare report;
- salvare i dati;
- settare, memorizzare, eseguire e modificare i protocolli analitici.

Il software, **pena esclusione**, deve consentire la completa gestione strumentale e l'elaborazione dei dati del cromatografo UHPLC esterno ed interfacciato allo stesso ICP/MS per consentire le determinazioni analitiche in speciazione. Il sistema UHPLC/ICP-MS dovrà essere caratterizzato da semplicità operativa, robustezza e sensibilità consentendo un passaggio veloce e il più automatizzato possibile tra le modalità operative standard e quelle in cui avviene la speciazione

2.A.13) Soluzioni Standard

La fornitura deve essere comprensiva di:

- un set di standard di controllo qualità (QC/QA) per la verifica delle performances della strumentazione ICP-MS, con i relativi criteri di accettabilità e per la valutazione di campioni di riferimento.
- un set di soluzioni standard di nanoparticelle (es: Au) per il training e la messa a punto di protocolli sperimentali

2-B) Cromatografo liquido ad ultra-alte prestazioni (UHPLC) per speciazione

L'Offerente dovrà formulare la propria offerta tecnica prevedendo la seguente **configurazione minima** dello strumento:

2.B.1) Pompa binaria ad alte prestazioni con miscelazione in alta pressione

- Coppia di pompa reciprocanti a doppia camera controllate da microprocessore in grado di fornire flussi costanti da un minimo di 10 µl/min fino ad almeno 3 ml/min;
- pressione massima di esercizio superiore a 15.000 psi (1070 Bar) a tutti i flussi;
- accuratezza del flusso inferiore al 2% (per flusso a 1 ml/min e a 10.000 psi);
- stabilità di flusso migliore dell'1% e riproducibilità migliore dello 0,3%.
- miscelazione: Accuratezza migliore di 0,5% e riproducibilità migliore dello 0,2%,
- il sistema di mescolamento deve assicurare elevatissima accuratezza e precisione nella formazione della fase mobile;
- programmazione di gradienti lineari, concavi, convessi, di composizione e di flusso con un massimo di 10 combinazioni per ogni metodo ed eventualmente di concatenarli fra di loro.
- Alimentazione: 220 V, 50 Hz.

2.B.2) Autocampionatore

- deve consentire l'iniezione automatica e la preparazione dei campioni per HPLC
- effetto memoria: deve essere inferiore allo 0,01%.
- precisione: deve essere migliore dello 0,3% RSD in area nella modalità di iniezione a loop fisso
- volumi di iniezione da 1 a oltre 2400 microlitri
- Velocità di campionamento e di iniezione variabili.
- Deve effettuare automaticamente: 1) diluizioni ripetute di valore costante; 2) preparazione degli standard per la calibrazione a partire da una singola soluzione madre; 3) derivatizzazione con aggiunta e mescolamento e i reagenti nei vial
- Lavaggio automatico ad ogni iniezione di tutte le parti in contatto con il campione (in particolare anche della parte esterna dell'ago); volume e numero di cicli di lavaggio variabili;
- "Priority Method" per campioni urgenti: la sequenza automatica è sospesa, e poi ripresa dopo il trattamento del campione urgente.
- Termostatazione dei campioni da 4°C a pochi gradi dalla T ambiente
- L'autocampionatore deve poter impiegare: a) portacampioni con vials da 1,8 – 5 – 6 ml per reagenti, standard e vaschetta per diluente; b) portacampioni con micro-vials

2.B.3) Modulo di termostatazione per colonne

- alloggiamento per almeno 2 colonne con lunghezza fino a 30 cm;
- riscaldamento/raffreddamento ad effetto Peltier;
- temperatura selezionabile tra 5 e 90°C;
- possibilità di preriscaldamento e raffreddamento del solvente;
- Deve essere dotata di una porta di comunicazione RS232C da installare sul PC in configurazione Com3.
- Alimentazione: 220 V 50 Hz.

2.B.4) Sistema di degasaggio mediante vuoto per tre solventi.

- flusso massimo : 10 ml/minuto;
- gas residui disciolti: < 0,5 ppm ad 1 ml/min;
- volume dei tubi : 15 ml;
- canale addizionale per il degasaggio della soluzione di lavaggio dell'autocampionatore;
- materiali a contatto col solvente: PTFE, PEEK, acciaio 316.
- Il sistema deve comprendere inoltre due bottiglie da 2 litri con tappo, una bottiglia per il liquido di lavaggio dell'autocampionatore, organizer e vassoio portabottiglie.
- Alimentazione: 220 V, 50 Hz.

2.B.5) Modulo di Switching Valve

Nella fornitura deve essere compreso il modulo Switching Valve per l'interconnessione automatica tra sistema UHPLC e ICP-MS, che consenta il passaggio automatico, comandato da software, da ICP-MS a UHPLC//ICP-MS senza intervento dell'operatore.

2.B.6) Gestione Parametri strumentali.

Controllo dei parametri strumentali mediante software per effettuare analisi di speciazione chimica, in grado di gestire entrambe le apparecchiature HPLC e ICP-MS da un unico software e da un unico comando escludendo la necessità di comandi esterni allo stesso. La switching valve deve essere presente nella configurazione.

2.B.7) Soluzioni Standard

La fornitura deve essere comprensiva di un set di standard delle diverse specie di Arsenico per il training e la messa a punto di protocolli sperimentali

3 - Garanzia, Assistenza e Manutenzione

Le strumentazioni dovranno essere coperte da un servizio di Garanzia a "protezione totale" per un periodo di almeno 12 mesi, inclusivo di Assistenza e Manutenzione compreso e compensato nel prezzo offerto. I servizi prestati saranno garantiti per il periodo residuo della Garanzia e comunque non inferiore ad un anno dall'intervento.

3.1 GARANZIA: l'Offerente, in relazione all'Oggetto del presente Capitolato, è obbligato a garantire che la fornitura sia esente da qualsiasi difetto per quanto riguarda la progettazione, il materiale, l'esecuzione, la lavorazione, che sia idoneo allo scopo per cui è previsto, nonché perfettamente funzionante e che sia, altresì, esente da vincoli, cauzioni o oneri, ipoteche, gravami e diritti di terzi di qualsiasi genere e da controversie imputabili a violazione di brevetti.

3.2 ASSISTENZA: il servizio di assistenza deve prevedere le seguenti specifiche minime e inderogabili:

- Supporto telefonico: risposta entro 24 h garantita da parte di personale tecnico idoneo all'evasione della richiesta di informazioni, adeguato supporto alla comprensione della problematica e sua immediata risoluzione ove possibile.
- Intervento presso IZS-PB nel caso in cui il supporto telefonico di cui sopra non fosse risolutivo, l'Offerente dovrà inviare presso IZS-PB un idoneo tecnico specializzato.

3.3 MANUTENZIONE: il servizio di Manutenzione dovrà prevedere un intervento annuo da parte di un idoneo tecnico specializzato da effettuarsi, in data da concordare con il Responsabile del Procedimento, entro la fine di ogni anno di garanzia, assistenza e manutenzione fornito.

4 - Installazione e training

4.1 L'installazione includerà la movimentazione con personale ed attrezzature adeguati fino al luogo indicato da IZS-PB ("Camera Bianca" – Piano terra). L'Aggiudicatario, se lo ritiene opportuno, può chiedere all'IZS-PB di effettuare un sopralluogo al fine di verificare i percorsi ed il locale nel quale la fornitura dovrà essere installata, previo accordo tra le parti.

4.2 Al termine dell'installazione, la Ditta aggiudicataria deve illustrare al personale utilizzatore le principali funzioni delle strumentazioni, al fine di permettere loro un primo approccio alla strumentazione fornita. Successivamente alla fase di installazione deve essere garantito un corso da

parte di uno *Specialist*, presso la sede IZS-PB, atto ad addestrare il personale all'uso approfondito della strumentazione, dei software, e per la messa a punto di metodi strumentali, prove pratiche, ecc... La durata di tale corso specialistico deve essere di **almeno 4 (quattro) giorni** lavorativi, previo accordo tra le parti. Il corso consisterà nella messa a punto ad hoc di diversi protocolli sperimentali, che comprenderanno almeno:

- la determinazione di elementi mediante l'utilizzo dei sistemi di collisione/reazione;
- la determinazione di elementi in speciazione;
- la determinazione di nanoparticelle.

Tutte le spese saranno a carico dell'Offerente.