



investiamo nel vostro futuro



Dipartimento di Chimica

Via Orabona, 4
70125 Bari
Tel 080-5442062-2132-2012
Fax 080-5442529

FORNITURA DI UNA STRUMENTAZIONE:

“SISTEMA NMR AD ALTA RISOLUZIONE OPERANTE A 11,7 TESLA”

REFERENTE TECNICO DELLA FORNITURA: PROF. RENZO LUISI

IMPORTO COMPLESSIVO DELL'APPALTO: € 553.719,00 OLTRE IVA

Firma

e-mail: renzo.luisi@uniba.it

Data:

Capitolato tecnico relativo all'apparecchiatura NMR 500 MHz

SCHEDA TECNICA

Specifiche Tecniche	<p>Spettrometro NMR ad alta risoluzione operante a 11,7 Tesla</p> <p>La strumentazione dovrà essere del livello più elevato consentito dall'attuale tecnologia di Risonanza Magnetica Nucleare e dovrà prevedere la possibilità di eseguire implementazioni e potenziamenti futuri. Lo spettrometro fornito dovrà tassativamente comprendere tutti i componenti "hardware" e "software" di ultima generazione presenti sul mercato, al momento della consegna, al fine di offrire prestazioni allo stato dell'arte, in grado di soddisfare le esigenze di ricerca presenti e future nel campo della risonanza magnetica nucleare ad alta risoluzione su campioni liquidi e solidi. La strumentazione dovrà inoltre essere conforme agli standard di qualità previsti dalla certificazione ISO-9001 e alle vigenti normative europee in materia di sicurezza. In fase di gara le ditte partecipanti dovranno fornire materiale informativo (brochure) ufficiale relativo alla strumentazione che intendono fornire e dal quale si evincano tutte le caratteristiche tecniche e funzionali descritte nel presente capitolato.</p> <p>La fornitura dovrà necessariamente includere:</p> <p>1. MAGNETE</p> <p>Il magnete superconduttore deve generare un campo di 11,7 Tesla (frequenza di risonanza $1H = 500$ MHz) ed avere un foro di apertura di almeno 54 mm. Il magnete deve essere schermato (linea dei 5 Gauss in direzione radiale inferiore a 0,8 metri ed in direzione assiale inferiore a 1,3 metri dal centro del magnete).</p> <p>L'autonomia del magnete, tra due rabbocchi successivi di liquidi criogenici (elio e azoto), non deve essere inferiori a 120 e 15 giorni (rispettivamente per elio e azoto).</p> <p>Il magnete deve essere inoltre dotato di:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ sistema anti-vibrazione ad alta efficienza; ➤ misuratore manuale ed elettronico di livello dei liquidi criogenici (elio e azoto); ➤ linee di trasferimento per il rabbocco dei liquidi criogenici. <p>Al fine di eseguire semplici e veloci operazioni di shimming il magnete deve inoltre essere corredato di non più di 28 bobine di shim a temperatura ambiente con relativi alimentatori.</p>
---------------------	--

2. CONSOLE

La console deve disporre di canali di radiofrequenza, sistema di 'lock', unità per gradienti di campo, ricevitore, unità di controllo temperatura e computer di acquisizione.

2.1 Canali di Radiofrequenza

La console deve essere configurata con almeno 4 canali (espandibili) a radiofrequenza più uno di lock.

I quattro canali devono avere le seguenti caratteristiche minime:

- Ogni canale deve essere in grado di gestire trasmissione, osservazione e disaccoppiamento (modulato e ad impulsi), con possibilità di disaccoppiare in un intervallo di frequenza 6–500 MHz.
- Ogni canale deve essere fornito di un amplificatore di radiofrequenza di tipo lineare. Due amplificatori devono amplificare le radiofrequenze corrispondenti ai nuclei ¹H e ¹⁹F con potenze nominali non inferiori a 100 Watt, gli altri due quelle degli eteronuclei compresi nell'intervallo 6–220 MHz con potenza nominale non inferiore a 300 Watt.
- Ogni canale deve poter realizzare esperimenti di disaccoppiamento, eccitazione selettiva, 'spinlock' e 'reverse detection'. Devono inoltre essere presenti hardware e software necessari per eseguire impulsi sagomati (shaped pulses) anche di forma complessa. Ogni canale deve essere fornito con memoria di almeno 30 Mbyte, al fine di programmare sequenze di impulsi anche molto complesse.

2.2 Sistema di 'Lock'

Deve essere presente un circuito di lock indipendente controllato da computer, i cui parametri siano modificabili tramite software.

2.3 Unità per Gradienti di Campo

E' necessaria la presenza di un'unità per generare ed amplificare gradienti di campo lungo l'asse Z. Al fine di rendere gli esperimenti di diffusione (DOSY) i più performanti possibili è necessario che l'amplificatore ed il probe nel seguito richiesto possano fornire congiuntamente almeno 60 gauss/cm. L'unità deve essere integrata con un opportuno software che consenta il 'gradient shimming' 1D e 3D sia su ¹H che su ²H.

2.4 Ricevitore

Il canale di ricezione deve essere quanto più performante possibile.

Al fine di prevenire possibili artefatti di sincronizzazione il ricevitore deve essere equipaggiato con un solo ADC ad alta velocità con frequenza di campionamento di almeno 80 MHz.

Inoltre per ridurre al minimo il rumore generato da eventuali componenti analogici, il segnale deve essere digitalizzato quanto più vicino possibile all'uscita della sonda.

La console deve essere fornita di filtri digitali in tempo reale.

2.5 Unità MAS

La console deve essere compatibile con applicazioni allo stato solido e con sonde MAS. In particolare deve essere fornita un'unità di rotazione che permetta di gestire sonde ultra veloci (spinning speed superiori ai 60 KHz).

2.6 Unità di Controllo Temperatura

Deve essere fornita un'unità per il controllo della temperatura che consenta di eseguire esperimenti a temperatura variabile nell'intervallo da -150 °C a $+200\text{ °C}$ (stabilità $\pm 0.1\text{ °C}$). Il sistema deve comprendere tutti gli accessori necessari per eseguire esperimenti compresi in tale intervallo e, pertanto, deve anche includere un dewar per azoto liquido ed uno scambiatore.

Deve inoltre essere presente un'unità di preraffreddamento che permetta di eseguire esperimenti sotto la temperatura ambiente anche senza la presenza di liquidi criogenici ma con sola aria od azoto gassoso.

Il modulo deve garantire un'uscita del flusso ad almeno -80 °C e deve essere compatibile tanto con sonde per campioni liquidi come per sonde per campioni solidi.

2.7 Computer di Acquisizione

Ogni componente della console precedentemente citato (canali di radiofrequenza, canale di lock, canale dei gradienti, ricevitore, elettronica di controllo del modulo di temperatura) deve essere fornito di propria CPU. Le CPU devono essere perfettamente sincronizzate e collegate tra loro e con l'host computer tramite una connessione Ethernet ultra veloce.

3. SONDA per STATO LIQUIDO

La fornitura deve prevedere una sonda per studio di campioni liquidi da 5 mm a doppia risonanza in grado di lavorare a temperatura variabile. La sonda deve essere fornita di una bobina, a schermo attivo, per gradienti lungo l'asse Z e deve permettere:

- Osservazione ottimizzata degli eteronuclei con frequenze di risonanza comprese nell'intervallo 31P-15N e con la possibilità di disaccoppiare i nuclei 1H e 19F.
- Osservazione ottimizzata dei nuclei 1H e 19F con la possibilità di disaccoppiare tutti gli eteronuclei con frequenze di risonanza comprese nell'intervallo 31P-15N.

Il probe deve essere in grado di eseguire esperimenti eteronucleari con modalità "indirect detection" di alta qualità. Tra questi devono essere garantiti almeno gli esperimenti:

1H-13C HMQC, HSQC, HMBC e 19F-13C HMQC, HSQC, HMBC

La sonda deve inoltre eseguire esperimenti di osservazione di 13C con la possibilità di disaccoppiare 19F.

Per garantire una qualità di risultati eccellente tanto sui nuclei di 1H e di 19F come sul 13C sono richieste le seguenti specifiche minime:

Segnale/rumore

1H > 700:1 con campione 0.1% Etilbenzene e tubo Wilmad 545-PP o equivalente

19F > 750:1 con campione 0.05% TFT e tubo Wilmad 535-PP o equivalente

L'osservazione del 19F deve essere eseguita senza disaccoppiamento del protone (1H).

13C > 300:1 con campione 10% Etilbenzene e tubo Wilmad 545-PP o equivalente

Forma di linea (*lineshape*) con tubo porta campione in rotazione (modalità *spinning*)

1H \leq 0.45 Hz al 50% dell'altezza del segnale del campione CHCl₃

1H \leq 5 Hz al 0.55% dell'altezza del segnale del campione CHCl3

1H \leq 10 Hz al 0.11% dell'altezza del segnale del campione CHCl3

13C \leq 0.15 Hz al 50% dell'altezza del segnale del campione ASTM

13C \leq 2 Hz al 0.55% dell'altezza del segnale del campione ASTM

13C \leq 3 Hz al 0.11% dell'altezza del segnale del campione ASTM

Lunghezza degli impulsi di 90° utilizzando gli amplificatori precedentemente richiesti

1H \leq 8 microsec con campione 0.1% Etilbenzene

19F \leq 10 microsec con campione 0.05% TFT

13C \leq 10 microsec con campione ASTM

Si richiede inoltre alle ditte di fornire le seguenti specifiche:

- Segnale/rumore su 31P e 15N
- Forma di linea (lineshape) con tubo porta campione in rotazione (modalità spinning) su 1H e 13C
- Lunghezza degli impulsi di 90° utilizzando gli amplificatori precedentemente richiesti su 1H, 19F, 31P, 13C e 15N.

Tutti i test dovranno essere eseguiti in fase di collaudo dello strumento e la mancanza di raggiungimento delle specifiche comprometterà il collaudo di tutto lo strumento che quindi non verrà accettato.

La ditta aggiudicatrice deve fornire i campioni necessari all'esecuzione dei test. Il superamento degli stessi sono propedeutici all'accettazione dello spettrometro nella sua globalità.

Al fine di facilitare l'uso dello strumento ed evitare continui cambiamenti di sonda è necessario che le specifiche vengano conseguite dalla stessa sonda.

Per lo stesso motivo la sonda deve consentire la selezione dell'eteronucleo tramite software e deve essere inoltre dotata di un dispositivo automatico per la correzione fine del tuning e del matching su entrambi gli intervalli 1H-19F e 31P-15N.

4. SONDA per STATO SOLIDO

E' richiesta la fornitura di una sonda MAS HFX Y con X compresa nelle frequenze di risonanza tra 31P e 13C ed Y con frequenze tra 13C e 15N.

Oltre ad esperimenti monodimensionali con osservazione di 1H, 19F ed eteronuclei compresi nell'intervallo 31P-15N, è necessario che la sonda possa eseguire esperimenti di osservazione di 1H con disaccoppiamento di 19F e viceversa, nonché esperimenti tripla risonanza combinazione di 1H, 19F e un nucleo compreso tra 15N e 31P.

A tal fine è richiesta la fornitura di tutti i filtri necessari all'opportuna separazione dei segnali 1H e 19F.

La sonda deve essere in grado di eseguire anche esperimenti eterocorrelati XY, con X ed Y precedentemente descritti. Durante tali correlazioni deve essere possibile disaccoppiare 1H e/o 19F.

Insieme alla sonda deve essere anche fornito un kit di parti (tappi, rotori, estrattori, porta rotori, ...) necessari per l'uso ottimale della stessa. Il kit deve comprendere un minimo di 5 rotori.

Deve essere inoltre fornito un set di standard per il controllo delle specifiche della sonda.

Lo strumento deve anche essere dotato di preamplificatori adatti allo studio di campioni allo stato solido.

5. AUTOCAMPIONATORE

Il sistema deve essere fornito di un autocampionatore con almeno 10 posizioni e relativi spinners.

6. STAZIONE DI LAVORO

La stazione di lavoro deve prevedere un 'host computer' (operante in ambiente Linux) di ultima generazione ed un adeguato software per la gestione dello spettrometro. Sono richieste le seguenti caratteristiche minime:

6.1 Hardware e Periferiche

- Processore dual core con velocità non inferiore a 2.4 GHz.
- Memoria RAM di almeno 8 GB.
- Due dischi fissi di capacità non inferiore a 1 TB.
- Almeno due schede fast-ethernet, di cui una dedicata al collegamento con la console e l'altra alla connessione con l'esterno (reti, etc.).
- Monitor a colori flat panel di almeno 24".
- Lettore DVD +/- RW 16x.
- Stampante laser a colori di formato A4 con scheda di rete.

6.2 Software

- Software di acquisizione, elaborazione e stampa dei dati NMR, anche in modo automatico.
 - Libreria contenente le più moderne sequenze di impulsi che preveda anche applicazioni di diffusione ad alta risoluzione (2D e 3D DOSY), di spettroscopia FAST a n-D (Hadamard).
 - Programmi che permettono NMR quantitativo (qNMR) in modo semplice ed accurato.
 - Software per la programmazione di sequenze d'impulsi.
 - Manuali descrittivi delle sequenze utilizzati nel software.
 - Software di auto-diagnosi utilizzabili anche con connessione remota.
 - Manuale in linea completo ed aggiornato.
 - E' richiesto un numero illimitato di licenze (licenza per sito), in modo da permettere a tutti gli utenti del Dipartimento di Farmacia di utilizzare il software senza alcuna limitazione.
- Il software deve poter essere installato senza alcun problema su ogni computer del dipartimento (purché ne abbia le caratteristiche tecniche). L'installazione del software sui computer diversi da quello di acquisizione deve essere la più semplice possibile, non deve richiedere l'utilizzo di speciali chiavi di licenza o altri sistemi di bloccaggio come ad esempio chiavi di protezione USB o hardware analoghi.

Gli utilizzatori del software devono essere in grado di installare il software stesso in modo semplice e senza dover contattare l'azienda produttrice.

7. SERVIZI

La Ditta fornitrice dello spettrometro dovrà offrire i seguenti servizi:

7.1 Installazione

La strumentazione dovrà essere installata presso la stanza 009 sel piano seminterrato del Dipartimento di Farmacia. La ditta aggiudicatrice dovrà

provvedere alla sistemazione dello strumento all'interno di suddetta stanza a sue spese provvedendo al trasporto, montaggio e messa in funzione dell'apparecchiatura. La ditta aggiudicatrice deve garantire la consegna della strumentazione esente da difetti e perfettamente funzionante.

La ditta aggiudicatrice dovrà provvedere alla fornitura dei liquidi criogenici necessari all'installazione del magnete.

Al fine di evitare possibili interferenze con l'NMR attualmente operante nella stessa stanza (strumento Mercury 300 MHz), la ditta aggiudicatrice deve prendersi carico dell'eventuale spostamento di tale strumento all'interno della stessa stanza. Sia in presenza che in assenza dello spostamento lo strumento a 300 MHz deve comunque raggiungere le stesse specifiche ottenute prima dell'installazione del nuovo NMR.

La ditta deve comunque fornire un disegno con la disposizione che intende realizzare per tutte le strumentazioni (due magneti, due console e tre stazioni di lavoro) che occuperanno la stanza 009 del Dipartimento di Farmacia.

7.2 Addestramento

Si richiede un programma d'addestramento alla manutenzione dello strumento ed uno al suo impiego.

Quest'ultimo dovrà essere tenuto da un tecnico applicativo in loco e dovrà avere la durata di almeno tre giorni.

7.3 Assistenza Tecnica e Manutenzione

La sede di assistenza tecnica NMR deve essere presente in Italia. Tale sede dovrà essere in grado di intervenire tempestivamente (entro 48 ore dalla segnalazione), offrendo assistenza tecnica e servizi di manutenzione. Lo strumento deve essere fornito di tutto l'hardware ed il software necessario al controllo remoto dello stesso.

7.4 Garanzia

La garanzia di buon funzionamento dovrà coprire un periodo di almeno ventiquattro mesi successivi alla data di regolare collaudo della strumentazione. Tale garanzia deve comprendere eventuali lavori, riparazioni e/o sostituzione di parti (escluse le parti consumabili) necessari al funzionamento ottimale dello spettrometro.

Per l'intero periodo di vigenza della garanzia, la ditta aggiudicatrice si impegnerà a fornire in forma gratuita l'upgrade delle licenze software.

	<p>La ditta aggiudicatrice si impegnerà altresì ad offrire un numero illimitato di licenze (licenza per sito), in modo da garantire l'installazione del software su tutti i Personal Computer e terminali appartenenti all'Università di Bari e che abbiano sistema operativo e configurazione adeguati.</p> <p>La ditta aggiudicatrice dovrà garantire periodicamente e per l'intera durata del periodo di vigenza della garanzia, la fornitura gratuita dei liquidi criogenici (azoto ed elio) necessari per il funzionamento del magnete.</p> <p>I consumi stimati per tali liquidi criogenici sono i seguenti:</p> <p>Elio: 70 litri ogni 120 giorni</p> <p>Azoto: 90 litri ogni 15 giorni.</p>
Allocazione e mq	Piano seminterrato del Dipartimento Farmaco Chimico stanza n. 009, 25 m ²