



LOTTO 1: Disciplinare tecnico per la fornitura e l'installazione di due sistemi cromatografici accoppiati ad uno spettrometro di massa ad alta risoluzione

Spettrometro di massa ibrido ad alta risoluzione (Q-HRMS) accoppiato ad un sistema cromatografico liquido ad alte prestazioni (UHPLC) ed a un Cromatografo Ionico (IC).

Sede ARPA FVG di consegna ed installazione: Via Colugna, 42 – 33100 (Udine). Piano terra (stanza B131).

Premessa

L'acquisizione dello strumento è finalizzata alla determinazione in matrici acquose (acque superficiali e sotterranee) per iniezione diretta e in matrici alimentari di residui di prodotti fitosanitari e loro metaboliti, pesticidi polari (glifosate, ampa, glufosinate, ecc.), pesticidi ionici, farmaci, ormoni e altre sostanze organiche inquinanti.

Lo strumento, ad alta risoluzione, dovrà permettere sia la determinazione quantitativa di sostanze "target", con elevate prestazioni, in termini di sensibilità e produttività, sia la possibilità di eseguire analisi "non target" sfruttando l'elevata accuratezza di massa. Il sistema UHPLC/IC/HRMS dovrà essere composto da un cromatografo liquido ad alte prestazioni (UHPLC), un cromatografo ionico (IC) ed un rivelatore di massa ibrido ad alta risoluzione (Q-HRMS) con elevata sensibilità e produttività. Il sistema proposto dovrà essere in grado di determinare analiti di interesse ambientale in un range di massa compreso almeno tra 10 e 2000 amu, in particolare dovrà permettere sia la determinazione quali/quantitativa di sostanze "target", con elevate prestazioni, in termini di sensibilità e produttività, sia la possibilità di eseguire analisi "non target" sfruttando l'elevata accuratezza di massa, il tutto potendo utilizzare alternativamente le tecniche separative UHPLC e IC per coprire un ampio spettro di composti, sia apolari che polari.

Il sistema deve essere completamente automatizzabile, gestibile da un'unica piattaforma software, di elevata robustezza; deve inoltre mantenere una risposta stabile a fronte di elevate frequenze di iniezione di matrici ambientali, anche complesse, ed essere equipaggiato con efficienti sistemi per la messa a punto dei metodi, la gestione del processo, il controllo di qualità e l'analisi statistica dei dati analitici.

La documentazione allegata all'offerta tecnica deve permettere in modo inequivocabile di individuare le caratteristiche tecniche della strumentazione offerta.

La fornitura del sistema dovrà prevedere inoltre quanto necessario per posizionarlo, un sistema di insonorizzazione della/e pompa/e rotative ed un generatore di azoto (se necessari previa visione da parte della ditta dei locali adibiti).

Le ditte dovranno, in fase di sopralluogo, verificare la compatibilità con gli impianti esistenti e con le caratteristiche dei locali dove dovrà essere installata la strumentazione.

Lo strumento dovrà essere configurato per consentire quanto richiesto dal presente capitolato e caratterizzato da prestazioni di livello idoneo a tale scopo.

Requisiti tecnici MINIMI della strumentazione offerta.

Il sistema offerto deve prevedere i seguenti componenti:

- A. Spettrometro di massa ibrido ad alta risoluzione (Q-HRMS)
- B. Sistema di cromatografia ad alta efficienza (UHPLC)
- C. Sistema di cromatografia ionica (IC)
- D. Hardware comprensivo di 1 o 2 PC di adeguata potenza, completi di monitor, una stampante laser e un sistema di archiviazione esterno.
- E. Software che possa gestire l'intero sistema

La configurazione richiesta (A, B, C, D ed E) prevede la formula "chiavi in mano" ossia una dotazione completa e pronta per l'uso anche qualora elementi di dettaglio e di collegamento fra una parte e l'altra dell'intero sistema siano state omesse.



A. Spettrometro di massa ibrido ad alta risoluzione (Q-HRMS)

1. Deve essere dotato di interfaccia elettrospray (ESI) in grado di operare in ionizzazione positiva e negativa, con flussi massimi compresi tra 10 e 2000 μL senza necessità di ripartizione. Possibilità di utilizzare sorgenti diverse (APCI, APPI ecc.)
2. Deve permettere acquisizioni in "fullscan" in un range di almeno 50 e 2000 amu.
3. Deve poter prevedere acquisizione contemporanea di dati in modalità "full scan" ed eventi di frammentazione "MS/MS" senza perdita evidente di sensibilità.
4. Deve avere una risoluzione elevata alle masse più basse (es. Glifosate, m/z 169), sia in modalità MS che MS/MS, tale da permettere di differenziare il più possibile il segnale di queste sostanze dal fondo/matrice.
5. Deve avere accuratezza di massa non inferiore a 2 ppm (calibrazione interna) e 5 ppm (calibrazione esterna).
6. Il quadrupolo di selezione del precursore deve lavorare con una risoluzione non inferiore a 0,7 Da.
7. Deve essere dotato di sistema di infusione diretta a mezzo siringa.

B. Sistema di cromatografia ad alta efficienza (UHPLC)

8. Sistema con 2 pompe binarie a gradiente con miscelazione ad alta pressione e contropressione massima di esercizio non inferiore a 1000 bar (15000 psi).
9. Sistema di degasaggio integrato dei solventi del tipo a permeazione e basso volume senza l'utilizzo di gas ausiliari.
10. Formazione del gradiente con miscelazione ad alta pressione e piccolo volume.
11. Formazione del gradiente con accuratezza minima della composizione dello 0,5%
12. Intervallo di flussi selezionabile tra 0,01 a 2 mL/min con steps di incremento di almeno 0,005 mL.
13. Precisione del flusso inferiore a 0,1 % RSD nel range di flussi.
14. Modulo di termostatazione colonne e relative pre-colonne operante tra +10°C e +60°C senza ausilio di gas ausiliari e stabilità di temperatura impostata $\pm 0,5^\circ\text{C}$
15. Deve poter utilizzare le principali colonne in commercio.
16. Autocampionatore con capacità di alloggiare almeno 80 vials da 2 mL, con modulo di termostatazione tipo "peltier" tra 4 e 40°C, possibilità di iniettare volumi compresi tra 1 e 100 μL , avere un volume morto inferiore a 150 μL ed essere dotato di un efficace sistema di lavaggio ago/porta di iniezione.

C. Cromatografo Ionico

17. Cromatografo ionico da banco atto ad essere accoppiato con spettrometro di massa ad alta risoluzione e finalizzato all'analisi di pesticidi polari (es.: glifosate, ampa, glufosinate, ecc.), nelle acque per iniezione diretta e negli alimenti.
18. Il sistema dovrà essere configurato con una linea di pompaggio in materiale chimicamente inerte (PEEK) e compatibile con soluzioni organiche ed acquose (pH 0-14).
19. Il sistema deve essere dotato di un autocampionatore realizzato in materiale inerte (PEEK) in grado di lavorare liberamente sulle tre coordinate X, Y e Z, deve poter alloggiare vials di volumi diversi e comunque garantire una capacità di almeno 80 vials da 2 mL. Deve inoltre poter alloggiare 2 valvole di iniezione relative alle rispettive colonne in compartimento termostatabile.
20. Il sistema cromatografico deve essere in grado di gestire eluenti ad elevata forza ionica e devono quindi essere forniti 2 soppressori anionici di tipo elettrochimico da dedicare ai due canali analitici per la determinazione di pesticidi polari (Glifosate, AMPA, ecc).
21. Il sistema deve essere equipaggiato con due rivelatori conduttometrici alloggiati in compartimento termostatabile ed essere dotati di sistema di compensazione automatica della temperatura della cella. Le celle devono essere costruite in materiale



- inerte, termostatare, ed avere volume non superiore a **1 μ L**, con un intervallo di misura continuo su tutto il range di lettura (specificare range di lettura **in μ S**).
22. Il cromatografo deve essere dotato di sistema di generazione di eluente in un campo di concentrazione di almeno 2-100 mM, partendo da acqua ultrapura, con accuratezza e precisione nella generazione tale da garantire riproducibilità dei tempi di ritenzione. La generazione dell'eluente deve essere possibile sia in modalità isocratica che in modalità di gradiente, su entrambi i canali analitici.
 23. Il sistema fornito deve essere completo di tutte le pompe ed accessori ausiliari che si rendano necessari al perfetto utilizzo in accoppiamento con lo spettrometro di massa, indicando soluzioni tecniche adottate e schema proposto. Tale soluzione deve prevedere un sistema di pompe/valvole di switch che permetta di inviare il flusso in uscita dalla colonna cromatografica alternativamente alla sorgente o allo scarico e contemporaneamente mantenere sempre un flusso alla sorgente.

D. Hardware

24. La fornitura deve prevedere un PC completo di accessori per l'acquisizione/elaborazione dei dati ed un eventuale secondo PC da dedicare alla sola elaborazione dei dati.
25. I PC devono essere di adeguata configurazione, tale da permettere la massima operatività con i software di gestione del sistema.
26. La fornitura deve prevedere anche un unità di memorizzazione esterna (Hard disk esterno) con capacità di archiviazione non inferiore a 4 TB per permettere l'archiviazione dei dati acquisiti.
27. Devono essere presenti schede per il collegamento alla rete internet ed intranet aziendale.

E. Software

28. La piattaforma software ed il sistema operativo deve garantire la gestione ed il controllo dell'intero sistema (punti A. B. e C.).
29. Devono essere presenti tutti i software necessari alla gestione del tuning e di calibrazione dello spettrometro di massa, della siringa di infusione diretta, all'acquisizione dei dati da entrambi i sistemi cromatografici (UHPLC e IC), dell'elaborazione degli stessi sia qualitativamente che quantitativamente, della gestione dei dati su fogli elettronici (excel), alla personalizzazione dei report di stampa.
30. Devono far parte della fornitura anche database e librerie integrate per una ricerca di masse esatte e riconoscimento di spettri MS/MS, un collegamento a banche dati online (chemspider o similari).
31. Devono essere presenti software in grado di ottenere le formule brute per ogni composto di cui viene misurata la massa esatta e associare le formule brute identificate con le strutture chimiche dei composti ottenuti (sia in modalità MS che MS/MS).

F. Formazione del personale e garanzia:

32. Dopo collaudo positivo del sistema, dovrà essere effettuato un training di addestramento presso la sede di ARPA FVG – laboratorio di Udine per un tempo adeguato al raggiungimento di uno standard operativo minimo e comunque non inferiore a 5 giorni lavorativi.
33. Garanzia di 12 mesi comprensiva, per tutto il periodo, di:
 - o Una manutenzione preventiva, da eseguirsi l'ultimo mese prima della scadenza della garanzia, comprensiva di regolazioni e manutenzione generale come previste dal costruttore;



- Verifiche di sicurezza fondamentali secondo le periodicità dettate dalle normative vigenti, con rendicontazione delle misure effettuate;
- Illimitato numero di interventi di manutenzione correttiva entro le 5 giornate lavorative (escluso sabato e festivi), dalla chiamata effettuata da parte del Direttore dell'esecuzione del contratto (i giorni della chiamata e dell'intervento si intendono inclusi nel conteggio);
- Risoluzione del guasto comunque entro 10 giornate lavorative (escluso sabato e festivi) dalla chiamata da parte Direttore dell'esecuzione del contratto (i giorni della chiamata e dell'intervento si intendono inclusi nel conteggio);
- Sono incluse tutte le parti di ricambio;
- Sono incluse le spese di spedizione;
- Aggiornamenti hardware e software ai fini di aumentare la sicurezza, l'affidabilità e le prestazioni del sistema come indicato dal costruttore.

Per l'intero periodo di garanzia tutta l'attività manutentiva di controllo sull'apparecchiatura dovrà essere conforme ai protocolli definiti dal costruttore e di tale attività dovranno essere consegnata la reportistica al committente alla scadenza della garanzia.

Inoltre tutta la strumentazione fornita dovrà essere corredata:

- dei manuali d'uso
- delle certificazioni di conformità a norme europee sulla sicurezza ed, eventuali, certificazioni di qualità del produttore
- della licenza d'uso dei software applicativi dello strumento
- dei certificati di validazione dei software
- sistemi operativi necessari per l'installazione dei software di gestione del sistema oggetto di gara

G. Prove tecniche richieste:

Le ditte concorrenti dovranno eseguire le prove tecniche sottoelencate per la valutazione delle performances del sistema. Tali prove dovranno essere eseguite su un sistema analogo a quello proposto, i risultati dovranno essere inseriti nella documentazione allegata all'offerta tecnico-qualitativa.

Le stesse prove dovranno poi essere replicate in fase di collaudo e dovranno confermare i risultati riportati nella documentazione allegata all'offerta tecnico-qualitativa.

In sede di sopralluogo ARPA consegnerà i campioni su cui effettuare le prove tecniche richieste.

1. **Prova risoluzione (potere risolutivo) e accuratezza di massa (espressa in ppm):** dovranno essere calcolate e dimostrate il potere risolutivo e l'esattezza di massa utilizzando la massa del Glifosate ($m/z=169$) secondo le formule:
 - Potere risolutivo = massa nominale/FWHM.
 - Accuratezza di massa ppm = $((m/z \text{ sperimentale} - m/z \text{ teorica}) / (m/z \text{ teorica})) * 10^6$
2. **Prova pesticidi polari:** Determinazione in cromatografia ionica per iniezione diretta di acqua potabile di **Glifosate e suo metabolita AMPA**. A tal fine si chiede una curva di taratura lineare su almeno 5 punti nel range di concentrazione **0 – 1 µg/L**, con calcolo del coefficiente di correlazione R^2 e una serie di repliche analitiche sul punto più basso della curva (almeno 6) con calcolo di LOD, LOQ e CV%.
3. **Prova riconoscimento sostanze “untarget” e accuratezza di massa:** Verrà fornita da Arpa FVG una miscela acquosa di pesticidi alla concentrazione nominale di **0,1 µg/L** sulla quale eseguire un'analisi di tipo multiresiduale utilizzando cromatografia UHPLC. A seguito di questa si chiede di tabellare un elenco dei principi attivi identificati con nome, CAS e valore dell'accuratezza di massa espressa in ppm.


Scheda punteggio qualità e caratteristiche migliorative massimo 70 punti

| CARATTERISTICHE | | | Punteggio massimo |
|------------------------------------------------------------------------------------|---------|---------------------------------------------------------------------------|-------------------|
| Spettrometro di massa ibrido Q-HRMS | G.1 | Potere Risolutivo e Accuratezza di massa Glifosate | Fino a 30 punti |
| | G.2 | LOD, LOQ e CV% prova pesticidi Glifosate e AMPA | Fino a 10 punti |
| | G.3 | Tabella unknown riconoscimento ed Accuratezze di massa | Fino a 5 punti |
| Cromatografo liquido UHPLC | B 1-8 | dettagliare caratteristiche tecniche | Fino a 6 punti |
| Cromatografo Ionico | C 17-23 | dettagliare caratteristiche tecniche | Fino a 6 punti |
| Garanzia | F.33 | Estensione periodo di garanzia alle medesime condizioni | Fino a 4 punti |
| Hardware | D.24 | 2 PC | 3 punti |
| Accessori forniti o migliorativi (ulteriori sorgenti, ulteriori accessori o altro) | | Ulteriori migliorie senza oneri aggiuntivi per l'Amministrazione | Fino a 3 punti |
| Impatto ambientale | | Dettagliare eventuali soluzioni adottate per diminuire impatto ambientale | Fino a 3 punti |

Totale
Massimo 70 punti