

## Allegato A1 al Capitolato Speciale d'Appalto

### Sistema U-HPLC/MS/MS – triplo quadrupolo

Cromatografo liquido (U-HPLC) interfacciato direttamente ad uno Spettrometro di Massa a Triplo Quadrupolo.

#### Requisiti di sistema generali

Il sistema dovrà essere configurato e predisposto per la determinazione di microinquinanti organici nelle acque superficiali, nei sedimenti e nel biota, preferibilmente per iniezione diretta senza trattamento del campione ed in particolare per la ricerca delle seguenti classi di sostanze/composti organici: Pesticidi e metaboliti, compreso Glifosate, Fenossiacidi e altre sostanze presenti nell'elenco di controllo di cui alla Decisione 2015/495 della Commissione del 20 marzo 2015. La tipologia dello strumento dovrà essere tale da consentire, su matrici acquose, la determinazione quantitativa di sostanze "target" presenti nel campione con elevate prestazioni in termini di sensibilità e produttività. La configurazione dello strumento, al fine dell'ottenimento di requisiti prestazionali specifici su matrici acquose, potrà essere integrato con un sistema di concentrazione del campione online e successiva analisi strumentale in modalità automatica, senza presenza dell'operatore in modo da permettere un'elevata produttività.

Il sistema deve essere composto dai seguenti componenti:

- Cromatografo liquido ad alta prestazione (U-HPLC)
- Spettrometro di Massa a Triplo Quadrupolo di ultima generazione completo di sorgenti ESI ed APCI facilmente intercambiabili
- Autocampionatore termostato.
- Sistema di gestione informatico dedicato per controllo anche da remoto, completo di PC e monitor.
- Gruppo di continuità.
- Generatore di azoto.
- Tutto il sistema cromatografico (doppia pompa binaria, pompa/e isocratiche per SPE online e autocampionatore) deve essere gestito dallo stesso software dello spettrometro.
- Kit di installazione ed accessori.
- Per il raggiungimento delle caratteristiche minime prestazionali può essere compreso all'occorrenza un sistema di arricchimento online (Modulo SPE online) costituito da pompa/e isocratiche in grado di gestire fino a 4 solventi e di operare su entrambe le linee del cromatografo o sistema alternativo con medesima valenza. In ogni caso, è richiesto che lo strumento possa interfacciarsi in futuro con tale modulo di arricchimento online.

#### Requisiti Cromatografo liquido ad alte prestazioni U-HPLC

1. N. 2 pompe ad alta pressione con valvola di selezione solventi, ciascuna capace di combinare in gradienti binari fino a 4 solventi e con contropressione massima di lavoro non inferiore a 1000 bar.
2. La configurazione del sistema di pompaggio del cromatografo deve essere tale da garantire il minor volume morto (non superiore a 150 µL)
3. Flusso programmabile da 0,010 a 2,00 mL/min con step di incremento di almeno 0,005 mL
4. Formazione del gradiente con miscelazione ad alta pressione piccolo volume
5. Accuratezza della composizione del gradiente almeno 1,0% con flusso di 0,5 mL/min
6. Precisione della composizione della fase mobile <0,2% RSD
7. Precisione minima del flusso non superiore allo 0,15 % RSD (deviazione standard relativa percentuale) nel range di flusso fra 0,2 mL/min e 2 mL/min, rilevata a temperatura ambiente costante.
8. Accuratezza del flusso almeno 1%

9. Il sistema cromatografico deve essere idoneo all'utilizzo di tutti i tipi di colonne presenti sul mercato, dalle tradizionali alle Ultra-Fast
10. Presenza di n. 2 colonne adatte all'analisi multi-residuale di pesticidi, PFOS/PFOA
11. Vassoio porta eluenti con possibilità di contenere almeno 4 bottiglie da 1 litro fornite di tappi di sicurezza per evitare la fuoriuscita di vapori e contenitore di sicurezza delle stesse
12. Numero totale di solventi gestibili in accoppiamento binario da software almeno 4;
13. Numero totale di solventi gestibili contemporaneamente (gradiente) almeno 2;
14. Intervallo di composizione del gradiente regolabile da 0,0 a 100,0%
15. Range operativo di pH almeno compreso tra 2 e 9
16. Sistema di degasaggio integrato dei solventi del tipo a permeazione sottovuoto e basso volume con almeno due canali indipendenti senza che sia richiesto l'uso di gas ausiliari.
17. Modulo di termostatazione delle colonne con possibilità di alloggiare fino a 2 colonne da 4,6 x 150 mm con gestione dello switch tra colonne via software;
18. Controllo della temperatura da almeno  $\leq 30^{\circ}\text{C}$  fino ad almeno  $80^{\circ}\text{C}$  senza utilizzo di gas compressi (effetto Peltier) con precisione della temperatura impostata  $\leq 1^{\circ}\text{C}$ ;
19. Qualora il raggiungimento dei requisiti prestazionali fosse subordinato all'utilizzo di un sistema SPE-online: le due linee indipendenti U-HPLC (iniezione diretta e SPE online) devono avere rispettivamente loop di capacità minima di 100  $\mu\text{L}$  e 2 mL. Il sistema di iniezione diretta deve poter effettuare iniezioni di volume variabile tra 0,5  $\mu\text{L}$  e 50  $\mu\text{L}$  selezionabile da software. Il volume massimo iniettabile attraverso il sistema delle SPE online deve essere di almeno 10 mL selezionabile da software.
20. Assenza di interferenze dovute ai materiali costituenti il sistema, che deve essere inerte e garantire, anche tramite opportuni accorgimenti tecnologici, la corretta determinazione degli analiti separando eventuali picchi interferenti, in particolare per la determinazione dei PFOS/PFOA

#### Requisiti Autocampionatore

1. Autocampionatore con capacità di alloggiare almeno 50 vials da 2 mL ed almeno 30 vials da 6 mL o 10 mL.
2. Modulo di termostatazione ad effetto Peltier nel range da 4 a  $40^{\circ}\text{C}$ .
3. Accuratezza del volume di iniezione diretta per 10  $\mu\text{L}$  non superiore a  $\pm 2\%$
4. Precisione del volume di iniezione per 10  $\mu\text{L}$  non superiore a 0,5 %RSD

#### Requisiti Spettrometro di Massa a Triplo Quadrupolo

1. Sistema triplo quadrupolo composto due principali quadrupoli a barre (Q1 e Q3) e un sistema quadrupolare Q2 operante come "cella di collisione". Intervallo di massa su entrambi i quadrupoli (Q1 e Q3) almeno da 10 a 1800 Dalton.
2. Due sorgenti distinte o di un'unica sorgente con due sonde distinte: un'interfaccia elettrospray (ESI) in grado di operare in ionizzazione positiva e negativa e una sorgente tipo APCI, facilmente intercambiabili.
3. Stabilità di massa  $\leq 0,1$  Da in 24 ore.
4. Accuratezza di massa non superiore a 0,5 amu
5. Ciascun quadrupolo deve operare in tutto l'intervallo di massa ad una risoluzione tale che la FWHM (full width at half maximum) non sia maggiore di 0,7 amu
6. Modalità di acquisizione: MS Scan, MS/MS, Product and Parent Ion Scan, MRM (o modalità analoghe), MS/MS Neutral Loss/Gain, SIM. Indicare eventuali altre modalità di acquisizione presenti nel sistema offerto
7. Velocità di scansione almeno 10.000 Da/secondo.
8. Range dinamico lineare di almeno 5 ordini di grandezza
9. Sensibilità MS/MS in modalità ESI positiva  $>400.000:1$  S/N misurato per iniezione di 1 pg di reserpina in colonna, transizione 609 $\rightarrow$ 195
10. Sensibilità MS/MS in modalità ESI negativa  $>400.000:1$  S/N misurato per iniezione di 1 pg di

reserpina in colonna, transizione 321→152

11. Dwell Time  $\leq$  5 ms
12. Deve poter operare in switch di polarità nella stessa corsa analitica con un tempo massimo di switching non superiore a 25 millisecondi
13. Tempo di acquisizione minimo dei dati MRM (dwell time) non superiore a 1 ms senza significativa perdita di intensità di segnale
14. Sistema da vuoto ad alta efficienza garantito da pompe rotative e turbo molecolari
15. Sistema di insonorizzazione per le pompe rotative
16. Il sistema deve prevedere la possibilità di effettuare l'iniezione diretta in sorgente del campione o degli standard di calibrazione mediante apposito dispositivo controllato dal software

Requisiti sistema di arricchimento online (accessorio supplementare per il raggiungimento dei requisiti prestazionali con iniezione diretta).

1. Sistema di pompa/e ad alta pressione in grado di gestire fino a 4 solventi
2. Sistema di valvole necessarie per il condizionamento della colonna di concentrazione, il caricamento del campione, il cleanup e l'eluizione verso la colonna analitica
3. Il sistema deve essere by-passabile in modo semplice senza dover intervenire sullo strumento
4. Tutte le operazioni del sistema di arricchimento devono essere gestite dal software dello spettrometro.
5. Volumi di iniezione impostabili da 0,5 mL a 10 mL

Requisiti del Software

1. Il software di gestione del sistema analitico deve poter gestire tutti i parametri strumentali in modo integrato, deve consentire quindi il controllo totale dei parametri del sistema completo: U-HPLC (autocampionatore, gestione solventi e arricchimento online) e spettrometro di massa
2. Funzioni di controllo, diagnostica e funzionamento del sistema analitico, di tuning automatico e calibrazione dei parametri strumentali
3. Il software deve permettere in contemporanea sia il controllo strumentale sia l'elaborazione dei dati già acquisiti o di quelli in fase di acquisizione
4. Il software deve consentire l'analisi qualitativa dei dati mediante ricerche in libreria e database esistenti con spettri di massa di fitofarmaci e loro metaboliti, farmaci e ormoni; possibilità di costruire librerie aggiuntive
5. Verifica automatica dei dati analitici con possibilità di evidenziare i parametri con valori fuori specifica all'interno della sequenza
6. Analisi quantitativa con calibrazioni multilivello
7. Gestione statistica dei dati acquisiti, bianchi, controlli di qualità, calibrazioni
8. Generazione di report personalizzati ed esportabili in altri formati compatibili e possibilità di trasferimento automatico dei dati al software di gestione campioni (LIMS).
9. Presenza di applicazioni dedicate all'ottimizzazione automatica dei parametri della frammentazione delle molecole di interesse (parametri MRM).
10. Fornitura del pacchetto MS Office o software analogo preinstallato e attivato

Requisiti dell'Hardware

Il personal computer deve essere adeguato a supportare il software di gestione dello strumento.

1. RAM DDR SDRAM  $\geq$  16 GB
2. Capacità hard disk di almeno SSD 500 GB.
3. Scheda video dedicata almeno 1 GB
4. Chipset LAN.
5. Chipset video e audio.
6. Porte disponibili: parallela, seriale e almeno 6 porte USB (almeno 2 di tipo 3.0).
7. Almeno 2 schede di rete, di cui una dedicata al collegamento con la rete interna per accesso a

stampanti e LIMS.

8. N.1 monitor LED/LCD di almeno 24 pollici.
9. Tastiera italiana e mouse a puntamento ottico.
10. Lettore/ masterizzatore CD/DVD.
11. Sistema operativo incluso Windows 10 o versione più recente.

#### Requisiti del gruppo di continuità

La fornitura dovrà comprendere un gruppo di continuità/stabilizzatore di tensione adeguato all'intero sistema LC-MS comprensivo di installazione, in grado di garantire una tensione filtrata, stabilizzata ed affidabile, depurata da tutti i disturbi di rete (sovratensioni, variazioni di frequenza, cali di tensione) ed il funzionamento di tutte le apparecchiature a pieno carico per almeno 15 minuti dopo l'interruzione della corrente

#### Requisiti del generatore di azoto

Generatore di azoto completo e compatto per la produzione di gas azoto di purezza, portata e pressione idonee al funzionamento del sistema proposto, capace di lavorare continuativamente nelle 24 h senza necessità di serbatoi esterni

1. Assenza di tracce di ftalati e idrocarburi
2. Rumorosità inferiore a < 60 dB
3. Uscita azoto con attacchi compatibili con la strumentazione
4. Punto di rugiada < 40°C

#### Caratteristiche prestazionali minime

I limiti dichiarati devono essere dimostrati in fase di collaudo

LOQ richiesti per iniezione diretta di campioni acquosi o in pre-concentrazione online:

- Clorpirifos etile  $\leq 0.009 \mu\text{g/l}$
- Diuron  $\leq 0.01 \mu\text{g/l}$
- Chinossifen  $\leq 0.045 \mu\text{g/l}$
- Aclonifen  $\leq 0.03 \mu\text{g/l}$
- Bifenox  $\leq 0.003 \mu\text{g/l}$
- Azinfos etile  $\leq 0.003 \mu\text{g/l}$
- Azinfos-metile  $\leq 0.003 \mu\text{g/l}$
- Bentazone  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- 2,4 D  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- Diclorvos  $\leq 0.0002 \mu\text{g/l}$
- Demeton  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- Dimetoato  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- Glifosate  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- AMPA  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- Linuron  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- MPCA  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- Mecoprop  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- Ometoato  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- 2,4,5 T  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- Terbutilazina  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- Terbutilazinadesetil  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- PFOS  $\leq 0.0002 \mu\text{g/l}$
- PFBA (acido pefluorobutanoico)  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- PFPeA (acido perfluoropentanoico)  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- PFHxA (acido perfluoroesanoico)  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- PFBS (acido perfluorobutansolfonico)  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$
- PFOA (acido perfluorooottanoico)  $\leq 0.005 \mu\text{g/l}$

Si richiede inoltre:

1. N. 2 colonne adatte all'analisi multiresiduale di pesticidi, PFOS/PFOA e altre sostanze presenti nell'elenco di controllo di cui alla Decisione 2015/495 della Commissione del 20 marzo 2015.
2. N. 2 kit di colonne di pre-concentrazione adatte all'analisi multiresiduale di pesticidi, PFOS/PFOA e altre sostanze presenti nell'elenco di controllo di cui alla Decisione 2015/495 della Commissione del 20 marzo 2015.
3. Fornitura di una bombola da 5 L di gas per la cella di collisione, qualora sia diverso dall'azoto prodotto dal generatore.
4. Manuale d'uso completo in lingua italiana.
5. Corso di formazione dell'operatore al termine del collaudo:
  - durata complessiva minima di 5 giornate (di almeno 7 ore/giorno) e dovrà articolarsi in due sessioni: una introduttiva, da iniziarsi entro 15 giorni dalla data di avvenuto positivo collaudo, e una di approfondimento, da effettuarsi dopo un periodo iniziale di utilizzo stimabile in circa 6 settimane dalla conclusione della fase introduttiva, e comunque da concordare con gli utilizzatori.
  - Il corso deve essere comprensivo dello sviluppo di una metodica LC-SPE online-MS/MS per l'analisi di acque di mare per il perseguimento degli obiettivi della Direttiva Europea 2008/56/CE (Marine Strategy Framework Directive) nonché del D.Lgs. 172/2015
  - descrizione generale del sistema e della strumentazione in oggetto
  - descrizione dettagliata, con esempi pratici, di tutte le diverse funzioni dell'apparecchiatura
  - descrizione ed esempi pratici di manutenzione ordinaria e preventiva e per la prevenzione dei rischi per i lavoratori
6. Almeno un intervento di manutenzione ordinaria all'anno, durante il periodo di garanzia

**La Dirigente del Laboratorio di Sassari**

---