



## DIPARTIMENTO DI FARMACIA

### ELABORATO TECNICO RELATIVO ALL'INTERVENTO DI AGGIORNAMENTO E SOSTITUZIONE DEGLI SPETTROMETRI NMR DEL DIPARTIMENTO DI FARMACIA

#### Premessa

L'intervento in oggetto riguarda l'aggiornamento e la sostituzione degli spettrometri NMR in dotazione al Dipartimento di Farmacia dell'Università degli studi di Napoli Federico II, come di seguito specificato:

- ✓ Spettrometro NMR a 700 MHz (con esclusione del magnete);
- ✓ Spettrometro NMR a 600 MHz;
- ✓ Spettrometro NMR a 400 MHz (con esclusione del magnete).

Il presente elaborato, predisposto dalla Commissione tecnico consultiva nominata con delibera del Consiglio del Dipartimento n. 8 del 27/11/2018, è preordinato a definire le caratteristiche tecnico funzionali idonee a soddisfare le esigenze del Dipartimento.

#### Spettrometro NMR a 700 MHz (con esclusione del magnete).

Lo strumento da acquistare dovrà utilizzare il magnete già esistente ed installato, acquistato nel 2003, modello Oxford AS700/54 completo di supporto antivibrazioni e linea di trasferimento dell'elio.

Lo spettrometro dovrà essere fornito completo di tutto il necessario al suo funzionamento, e in particolare di:

#### **Componente 1: Sistema di shimming**

Sistema di shimming con almeno 36 shim, compatibile con il magnete esistente e l'elettronica della console.

#### **Componente 2: Console**

La console deve disporre di:

- a) non meno di quattro canali (1H, 13C, 15N, 2H) di trasmissione e ricezione;
- b) preamplificatori 1H, 13C, 15N e 2H a basso rumore basati su tecnologia GaAs;
- c) amplificatori di RF con quattro canali totali, potenza minima per il canale 1H 100W, potenza minima di 500W per almeno due canali;
- d) sistema di lock a 2H in grado di gestire acquisizione e lock sul canale 2H;

e) unità per generare ed amplificare gradienti di campo lungo l'asse z fino a 10 A. L'unità deve essere integrata con un opportuno software che consenta il "gradient shimming" anche mediante ottimizzazione della forma di riga (lineshape fitting). Lo shimming deve essere possibile sia su  $^2\text{H}$  che su  $^1\text{H}$ , sia 1D che 3D.

### **Componente 3: Unità di controllo della temperatura**

Lo strumento deve essere fornito di un sistema di controllo di temperatura che consenta di operare nell'intero range di temperatura permesso dalla sonda (senza necessità di usare azoto liquido o altri liquidi criogenici per il raffreddamento), con una risoluzione di almeno  $0.1^\circ\text{C}$ .

Deve essere inoltre fornito un sistema di termometro NMR che varia la regolazione della temperatura sul campione in base allo spostamento di chemical shift di un segnale deuterato, al fine di garantire massima stabilità della temperatura.

### **Componente 4: Sonda criogenica**

La sonda criogenica ("cryoprobe") deve essere dotata delle seguenti caratteristiche minime:

- sonda per cuvette da 5 mm a tripla risonanza ( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ) con lock a  $^2\text{H}$ ;
- raffreddamento ad elio gassoso;
- raffreddamento di bobine e preamplificatori per  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  e  $^2\text{H}$ ;
- tuning e matching automatici;
- gradiente di campo magnetico lungo l'asse z;
- intervallo di temperatura per il campione almeno da  $-40^\circ\text{C}$  a  $+80^\circ\text{C}$ ;
- sistema di raffreddamento dell'elio completo di tutto quanto necessario al corretto funzionamento della sonda;

### **Componente 5: Autocampionatore raffreddato**

Autocampionatore per l'inserimento automatico ed in remoto dei campioni nello spettrometro, dotato di almeno 24 posti e raffreddato a temperatura minore o uguale a  $6^\circ\text{C}$ .

### **Componente 6: Computer di acquisizione**

PC con S.O. Windows o Linux configurato allo stato dell'arte.

### **Componente 7: Software**

Programma per la trasformazione ed analisi di spettri NMR mono e multidimensionali.

Programmi per l'analisi assistita dei dati NMR, per la verifica strutturale automatizzata, e per la determinazione strutturale di incogniti automatizzata.

## **Spettrometro NMR a 600 MHz**

Lo spettrometro dovrà essere fornito completo di tutto il necessario al suo funzionamento, e in particolare di:

### **Componente 1: Magnete**

Magnete superconduttore attivamente schermato con campo di 14 Tesla (frequenza di risonanza  $^1\text{H}$  = 600 MHz) e foro di apertura di 54 mm. e dotato di:

- a) sistema di appoggio antivibrazione;
- b) misuratori di livello dei liquidi criogenici;
- c) sistema di shim con almeno 36 shim.
- d) sistema di soppressione dei disturbi elettromagnetici, capace di sopprimere almeno il 90% dei disturbi a frequenze superiori ai 5 Hz.

### **Componente 2: Console**

La console deve disporre di:

- a) non meno di cinque canali (1H, 13C, 15N, 31P, 2H) di trasmissione e ricezione;
- b) preamplificatori 1H, 13C, 15N, 31P e 2H a basso rumore basati su tecnologia GaAs;
- c) amplificatori di RF con quattro canali totali, potenza minima per il canale 1H 100W, potenza minima di 500W per almeno due canali;
- d) sistema di lock a 2H in grado di gestire acquisizione e lock sul canale 2H;
- e) unità per generare ed amplificare gradienti di campo lungo l'asse z fino a 10 A. L'unità deve essere integrata con un opportuno software che consenta il "gradient shimming" anche mediante ottimizzazione della forma di riga (*lineshape fitting*). Lo shimming deve essere possibile sia su 2H che su 1H, sia 1D che 3D.

### **Componente 3: Unità di controllo della temperatura**

Lo strumento deve essere fornito di un sistema di controllo di temperatura che consenta di operare nel range 0–80 °C (senza necessità di usare azoto liquido o altri liquidi criogenici per il raffreddamento), con una risoluzione di almeno 0.1°C. Deve essere, inoltre, fornito un sistema di termometro NMR che varia la regolazione della temperatura sul campione in base allo spostamento di chemical shift di un segnale deuterato, al fine di garantire massima stabilità della temperatura.

### **Componente 4: Sonda criogenica**

La sonda criogenica ("cryoprobe") deve essere dotata delle seguenti caratteristiche minime:

- sonda per cuvette da 5 mm a quadrupla risonanza ( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^{31}\text{P}$ ) con lock a  $^2\text{H}$
- raffreddamento ad elio gassoso
- raffreddamento delle bobine e dei preamplificatori per  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  e  $^2\text{H}$ .
- tuning e matching automatici
- gradiente di campo magnetico lungo l'asse z
- intervallo di temperatura per il campione almeno da –40 °C a +80 °C

- sistema di raffreddamento dell'elio completo di tutto quanto necessario al corretto funzionamento della sonda
- sistema di re-liquefazione di azoto liquido che consenta il recupero dell'azoto evaporato, senza costi aggiuntivi di manutenzione.

#### **Componente 5: Autocampionatore raffreddato**

Autocampionatore per l'inserimento automatico ed in remoto dei campioni nello spettrometro, dotato di almeno 400 posti e raffreddato a temperatura minore o uguale a 6 °C, con lettore di codice a barre.

#### **Componente 6: Computer di acquisizione**

PC con S.O. Windows o Linux configurato allo stato dell'arte

#### **Componente 7: Software**

Programma per la trasformazione ed analisi di spettri NMR mono e multidimensionali.

Programmi per la analisi assistita dei dati NMR, per la verifica strutturale automatizzata e per la determinazione strutturale di incogniti automatizzata.

## **Spettrometro NMR a 400 MHz (con esclusione del magnete).**

Lo strumento da acquistare dovrà utilizzare il magnete già esistente ed installato, acquistato nel 2003 - modello Oxford AS400/54, completo di supporto antivibrazioni e linea di trasferimento dell'elio.

Lo spettrometro dovrà essere fornito completo di tutto il necessario al suo funzionamento, e in particolare di:

### **Componente 1: Sistema di shimming**

Sistema di shimming con almeno 36 shim, compatibile con il magnete esistente e l'elettronica della console.

### **Componente 2: Console**

La console deve disporre di:

- a) non meno di due canali (1H, broadband) di trasmissione e ricezione;
- b) possibilità di ricezione su due canali in contemporanea;
- c) preamplificatori 1H, 2H e broadband a basso rumore basati su tecnologia GaAs;
- d) amplificatori di RF con due canali totali, potenza minima per il canale 1H 50W, potenza minima per il canale 13C di 100W;
- e) sistema di lock a 2H in grado di gestire acquisizione e lock sul canale 2H;
- f) unità per generare ed amplificare gradienti di campo lungo l'asse z fino a 10 A.

### **Componente 3: Unità di controllo della temperatura**

Lo strumento deve essere fornito di un sistema di controllo di temperatura che consenta di operare nel range da temperatura ambiente a 80 °C, con una risoluzione di almeno 0.1°C. Deve essere, inoltre, fornito un sistema di termometro NMR che varia la regolazione della temperatura sul campione in base allo spostamento di chemical shift di un segnale deuterato, al fine di garantire massima stabilità della temperatura.

### **Componente 4: Sonda**

La sonda deve essere dotata delle seguenti caratteristiche minime:

- sonda per cuvette da 5 mm a doppia risonanza (<sup>1</sup>H, broadband) con lock a <sup>2</sup>H;
- bobina broadband sintonizzabile sul <sup>19</sup>F;
- tuning e matching automatici;
- gradiente di campo magnetico lungo l'asse z;
- intervallo di temperatura per il campione almeno da -50 °C a +100 °C.

### **Componente 5: Autocampionatore**

Autocampionatore ad altezza uomo per l'inserimento automatico ed in remoto dei campioni nello spettrometro, dotato di almeno 24 posti.

**Componente 6: Computer di acquisizione**

HP Windows 10 Pro 64Bit PC equipaggiato secondo le ultime configurazioni.

**Componente 7: Software**

Programma per la trasformazione ed analisi di spettri NMR mono e multidimensionali.

Programmi per l'analisi assistita dei dati NMR, per la verifica strutturale automatizzata, e per la determinazione strutturale di incogniti automatizzata.