

SERVIZIO	STRUMENTAZIONE UTILIZZATA
<p>Analisi di campioni in regime di <b>alta risoluzione</b> (fino a 60.000 FWHM) con indicazione della “<b>massa esatta</b>” (massa accurata &lt; 1ppm) di composti biofarmaceutici, biorganici, organici e metallorganici, nelle matrici più diverse, anche ad alto peso molecolare. <b>Sorgenti disponibili:</b> ESI, APCI e ASAP (per analisi allo stato solido).</p>	<p style="text-align: center;"><b>Spettrometro di massa: Q-TOF Synapt G2-Si</b></p>
<p><b>Fitting delle distribuzioni dei rapporti isotopici</b> e produzione dell’elenco delle <b>formule elementari candidate</b>.</p>	
<p>Indicazioni utili al riconoscimento strutturale dei composti incogniti in modo unico e virtualmente privo di “falsi positivi” grazie all’approccio brevettato MSE, usufruendo della possibilità di operare in <b>regime di frammentazione MS/MS ed MS3</b>, grazie alla presenza di due distinte celle di frammentazione.</p>	
<p>Accoppiamento con <b>sistema cromatografico</b> con pressione operativa &gt; 1200 bar ed un volume morto &lt; 100 ul (<b>AQUITY UPLC I-CLASS</b> – Binary Solvent Manager), con un <b>multicampionatore automatico</b> e con un <b>Detector Ottico a Fotodiodi (PDA)</b>, con range da 190 a 500 nm, con frequenza di acquisizione fino a 80 Hz ed alta risoluzione ottica spettrale.</p>	
<p>Separazione delle specie ioniche, anche isobare, grazie al modulo di <b>mobilità ionica interna</b> che permette l’efficace separazione degli ioni sulla base della loro caratteristica <b>Collisional Cross Section (CCS)</b>, allo scopo di ottenere maggiore selettività, specificità ed accuratezza di identificazione.</p>	
<p>Analisi di campioni fino a 7-8 Kda in <b>alta risoluzione</b> (fino a 25.000 FWHM) con l’ausilio del <b>reflectron</b>, o senza limite teorico superiore di massa in <b>regime lineare</b>. I campioni sono miscelati con opportune matrici, anche in condizioni di scarsa solubilità, e depositati su piastre multicampione per ionizzazione con sorgente <b>MALDI (Matrix Assisted Laser Desorption Ionization)</b>. Particolarmente adatto per analisi di peptidi e proteine, frammenti di acidi nucleici (DNA) e peptidonucleici (PNA), polimeri funzionalizzati ed altre macromolecole.</p>	<p style="text-align: center;"><b>Spettrometro di massa MALDI ToF-ToF Autoflex III</b></p>
<p><b>Modulo ToF/ToF (MS/MS) ad alta sensibilità:</b> (A) processo di produzione di spettri MS/MS LID-LIFT ad alta efficienza ed alta sensibilità (categorie prevalenti di ioni prodotti: a-, b-, y- e i-); (B) sistema di frammentazione ad alta energia CID (<i>Collision Induced Dissociation</i>) con ausilio di gas, adatto a identificazione di proteine con inserimento spettri in banca dati.</p>	
<p><b>Analisi MALDI Imaging</b> di tessuti animali, umani, vegetali ecc., grazie alla presenza di un Laser allo stato solido (con tecnologia Smartbeam™ e tempo di ripetizione &gt; 200Hz) e di una unità di deposizione automatizzata delle matrici su campioni "Image Prep" (fettine anche di pochi um di spessore).</p>	

<p>Caratterizzazioni strutturali e studi conformazionali di composti organici (fino a polimeri e proteine), disciolti in solventi deuterati, o in solventi classici, mediante esperimenti monodimensionali 1D, esperimenti 2D Omonucleari 1H-1H (Cosy, Noesy, Tocsy, Roesy, ...), esperimenti Eteronucleari 1H-X, in configurazione inversa, (HMQC, HSQC, HMBC, ...).</p>	<p><b>Spettrometri NMR:</b>  <i>Avance 500 MHz e</i>  <i>Avance I 600 MHz,</i>  <b>(probe BBI)</b>  <b>probe in configurazione inversa</b></p>
<p>Studi di eteronuclei X, con frequenze comprese tra i 23,6 MHz (<sup>109</sup>Ag) ed i 202 MHz (<sup>31</sup>P).</p>	
<p>Possibilità di effettuazione di esperimenti selettivi, mono e bidimensionali.</p>	
<p>Separazione di composti in miscela, mediante spettri di diffusione molecolare DOSY-2D, con alta sensibilità e risoluzione (gradiente z di intensità di 53 G/cm).</p>	
<p>Caratterizzazioni strutturali e studi conformazionali di composti organici, metallorganici, con <b>elevata sensibilità sui nuclei <sup>31</sup>P, <sup>19</sup>F e <sup>13</sup>C</b> (bobina dedicata). Esecuzione di tutti gli esperimenti indicati al punto precedente (con probe BBI), ma con minore sensibilità sul nucleo <sup>1</sup>H .</p>	<p><b>Spettrometro NMR:</b>  <i>Avance 500 MHz</i>  <b>(probe QNP)</b>  <b>probe dedicato a 13C, 19F e 31P</b></p>
<p>Esperimenti <b>2D omonucleari <sup>31</sup>P-<sup>31</sup>P e <sup>19</sup>F-<sup>19</sup>F</b> (Cosy, Noesy, Tocsy, Roesy, ...) ad elevata sensibilità e risoluzione.</p>	
<p>Esperimenti <b>2D eteronucleari <sup>1</sup>H-X, in configurazione diretta e inversa</b>, con i nuclei <sup>31</sup>P, <sup>19</sup>F e <sup>13</sup>C.</p>	
<p><b>Analisi di campioni solidi</b>, con abbattimento/riduzione delle anisotropie di Chemical Shift mediante rotazione all'<b>angolo magico MAS</b> (Magic Angle Spinning), fino a 15 KHz. Abbattimento/riduzione anisotropie Dipolari di X nuclei, mediante <b>disaccoppiamento ad alta potenza del nucleo <sup>1</sup>H</b> ad essi accoppiato.</p>	<p><b>Spettrometro NMR:</b>  <i>Avance 500 MHz</i>  <b>(probe CPMAS)</b>  <b>probe per analisi allo stato solido</b></p>
<p><b>Analisi di composti insolubili</b> in genere, macromolecole, polimeri, nanomateriali, ecc., o con necessità di studio in assenza di solvente.</p>	
<p>Esperimenti in <b>Cross Polarizzazione (CP)</b> con aumento della sensibilità sui nuclei poco sensibili, attraverso il nucleo <sup>1</sup>H.  Esperimenti di abbattimento delle side bands e di selezione delle molteplicità del nucleo X.  Visualizzazione dei nuclei <sup>1</sup>H ed <sup>19</sup>F ed ampio intervallo di frequenza BB per i nuclei X: <b>[dal <sup>31</sup>P al <sup>15</sup>N]</b>.</p>	
<p><b>Analisi di campioni in alta risoluzione, in fase gel e semisolida</b> con tracce di solvente deuterato, oltre che in soluzione, grazie alla <b>rotazione all'angolo magico MAS</b> (Magic Angle Spinning), fino a 15 KHz. Analisi di composti iologici, di origine biomedica (biopsie e interventi chirurgici), di origine alimentare e vegetale.</p>	<p><b>Spettrometro NMR:</b>  <i>Avance 500 MHz</i>  <b>(probe HRMAS)</b>  <b>probe per analisi stato gel e semisolido</b></p>
<p>Effettuazione di tutte le tecniche 1D e 2D indicate nella sezione relativa al probe Reverse BBI, con l'aggiunta di esperimenti con filtro T2 per la pulizia delle componenti a tempo di rilassamento trasversale corto nei composti eterogenei.</p>	
<p>Applicazioni specifiche sviluppate nel campo dei <b>liquidi ionici</b> e delle <b>Nanoparticelle funzionalizzate</b>, anche con caratteristiche superparamagnetiche (<b>SPIONS</b>).</p>	

<p><b>Analisi chimica elementare</b> (da berillio fino a uranio) di tipo puntuale (spot da 1 a 20 micrometri) su materiali inorganici, basata su <b>spettrometria in dispersione in lunghezza d'onda (WDS) dell'emissione di raggi-X</b>; ampio range di concentrazioni determinabili, dal composto puro sino a detection limits di ca. 100 parti per milione.</p>	<p><b>Microsonda Elettronica JEOL 8200 (Electron Probe Micro-Analysis, EPMA)</b></p>
<p>Analisi chimica elementare ad alta sensitività di Be, B, C, N, O, F su materiali inorganici mediante WDS, con <b>spot da 1 a 20 micrometri</b>.</p>	
<p><b>Analisi chimica elementare</b> (da sodio fino a uranio) di tipo puntuale (spot da 1 a 20 micrometri) su materiali inorganici, basata su <b>spettrometria per dispersione in energia (EDS)</b>.</p>	
<p><b>Mappatura chimica elementare</b>, da Be a U, con risoluzione submicrometrica su superfici piane di campioni inorganici con dimensioni anche centimetriche, <b>integrando spettrometria WDS e EDS</b>.</p>	
<p><b>Determinazione dello stato di legame in materiali inorganici</b> sulla base del "chemical shift" (es. Si, SiO<sub>2</sub>, SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>... Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, Fe).</p>	
<p><b>Caratterizzazione microstrutturale di materiali inorganici</b> mediante <b>microscopia elettronica (SEM)</b> con risoluzione submicrometrica mediante elettroni secondari (SE), retrodiffusi (BSE).</p>	
<p><b>Caratterizzazione microstrutturale</b> di materiali inorganici mediante microscopia elettronica (SEM) con risoluzione submicrometrica <b>mediante Catodoluminescenza (CL)</b>.</p>	
<p><b>Identificazione della specie cristallina da monocrystallo</b> mediante misura dei parametri della cella unitaria. Sorgente: Mo-Kalpha. Detector: puntuale</p>	<p><b>Diffrattometro a 4-cerchi KUMA KM-4</b></p>
<p><b>Raccolta dati di intensità</b> per risoluzione e/o raffinamento strutturale. Detector: puntuale</p> <p style="text-align: right;">Sorgente: Mo-Kalpha.</p>	
<p><b>Studi strutturali mediante cristallografia elettronica:</b> intercrescite, smescolamenti, interfacce, nanoprecipitati</p>	<p><b>Microscopio Elettronico a Trasmissione (TEM): FEI TECNAI G2 F20</b></p>
<p>Acquisizione di immagini mediante detectori TV rate 626 GATAN e slow scan CCD 974 GATAN. Pezzi polari S-Twin: risoluzione punto a punto di 0.24 nm. Spettrometria a dispersione di Energia (EDS)</p>	
<p>Studi di difetti e di alterazioni strutturali.</p>	