



## **WP3: Apparato prototipo per la deposizione in vuoto e ultra-alto vuoto di specie selezionate in massa/carica**

*P. Bolognesi, J. Chiarinelli, L. Avaldi, A. Cartoni, P. Calandra, Ric.TD*

### **Motivazione**

La ESD a pressione atmosferica ingloba pulviscolo, impurezze e molecole di solvente, che possono influenzare la funzionalità e l'efficienza del biosensore

### **Obiettivo del WP3**

Realizzazione e caratterizzazione di un set-up in cui ESD avviene in condizioni di alto o ultra-alto vuoto, eventualmente con selezione in massa-su-carica

### **WP3 interagisce con WP1 e WP2**

Preparazione delle soluzioni enzimatiche e condizione di spray, scelta dell'enzima e del substrato.

**Attività 3.1. Costruzione di un set-up modulare per ESD in alto e ultra-alto vuoto.**

*(Uni. Aarhus, CNRS-CIMAP, Progetti BIFACE, MAE Italia-Serbia e Italia-Svezia)*

*Vedi presentazione J. Chiarinelli*

- accoppiare la sorgente ESI con un sistema di immissione del fascio in vuoto
- selezione in massa/carica della specie ionica
- trasporto verso la camera di deposizione

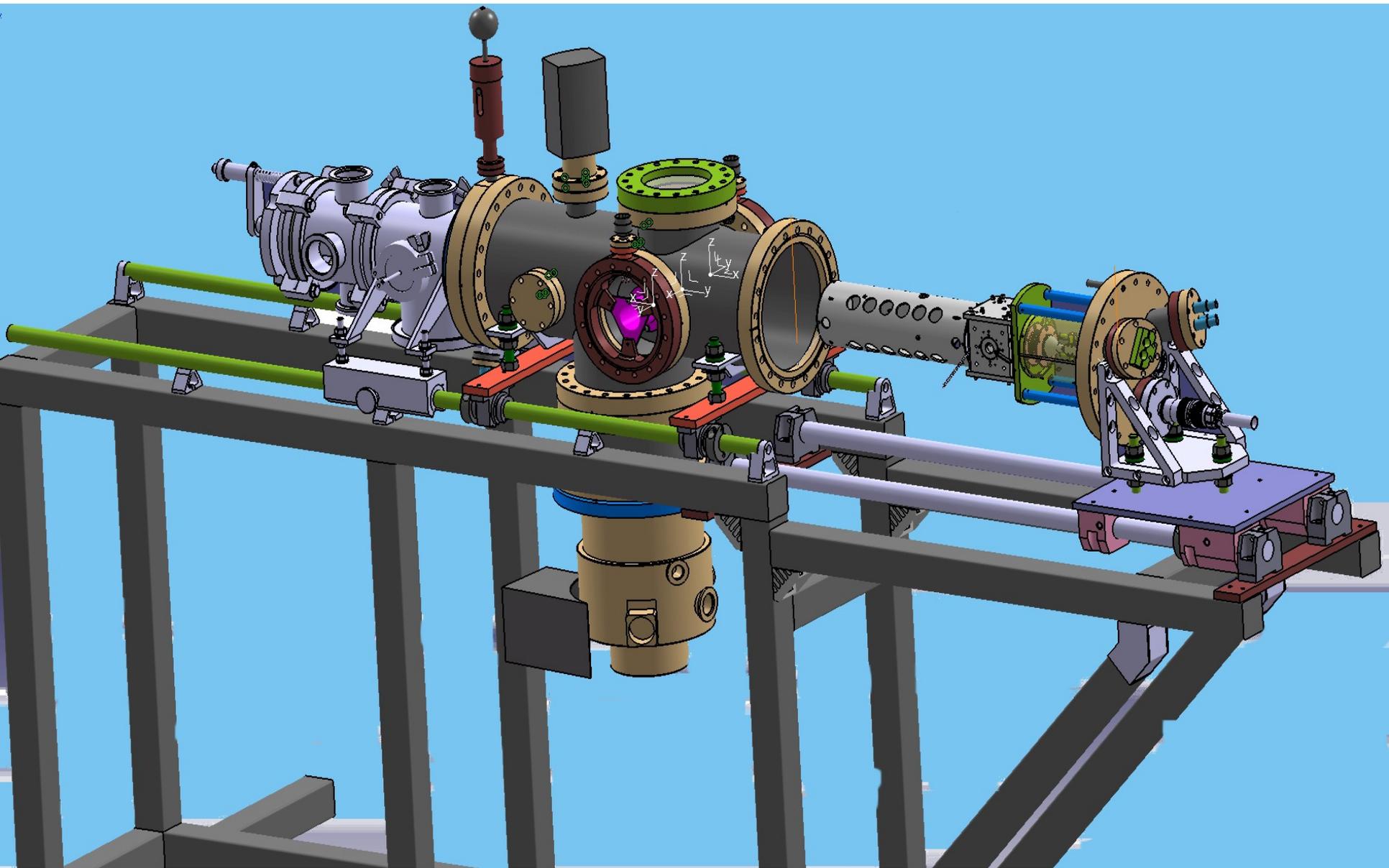
**Attività 3.2. Progettazione e realizzazione di una camera di deposizione in alto e ultra-alto vuoto.**

*(Ionvac Processes)*

- progettazione e realizzazione della camera di deposizione
- strumentazioni di diagnostica del film (microbilancia/portacampioni/fast entry...)

**Attività 3.3. Deposizione di enzimi in condizioni di alto vuoto e di proteine selezionate in massa/carica in ultra-alto vuoto.**

- test di deposizione di citocromoC e caratterizzazione morfologica dei depositi
- deposizioni dell'enzima laccasi in alto vuoto e confronto
- Indicazioni da WP1 e WP2...



**set-up modulare per ESD in alto e ultra-alto vuoto**

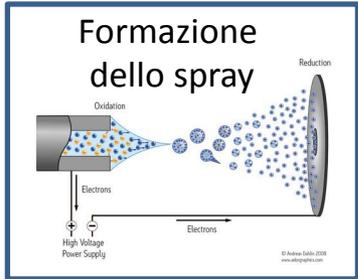
# Deposizione in vuoto

Cosa vorremmo e perché il vuoto?

Purezza e pulizia del deposito

Controllo della struttura secondaria della proteina

Controllo dell'energia cinetica di deposizione



Trasporto in vuoto e completa eliminazione del solvente

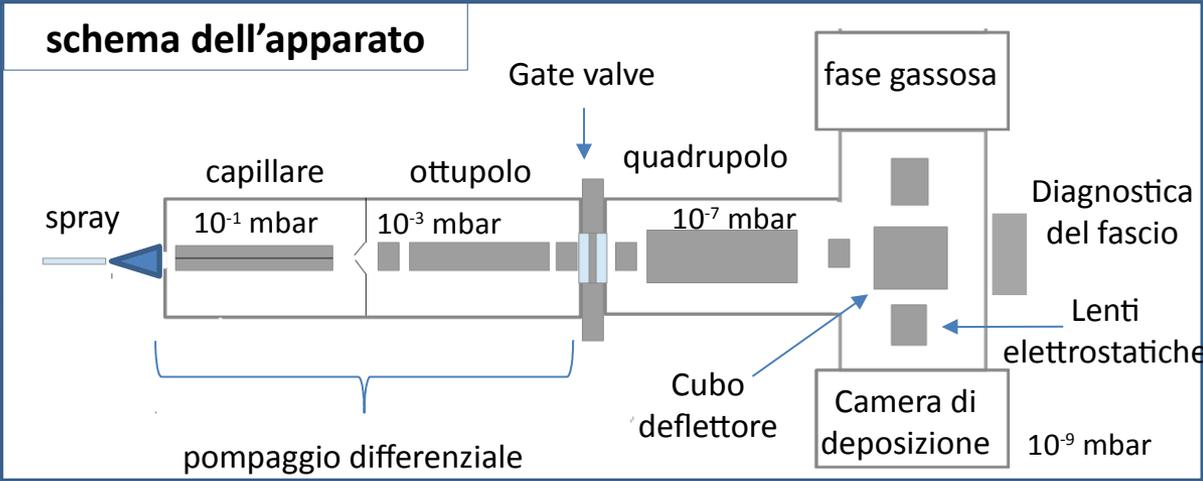
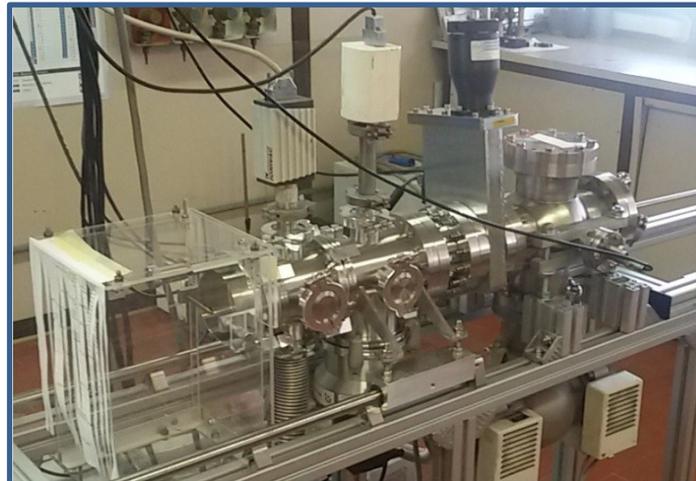
- Capillare riscaldato
- guida ionica (ottupolo)

Selezione in massa

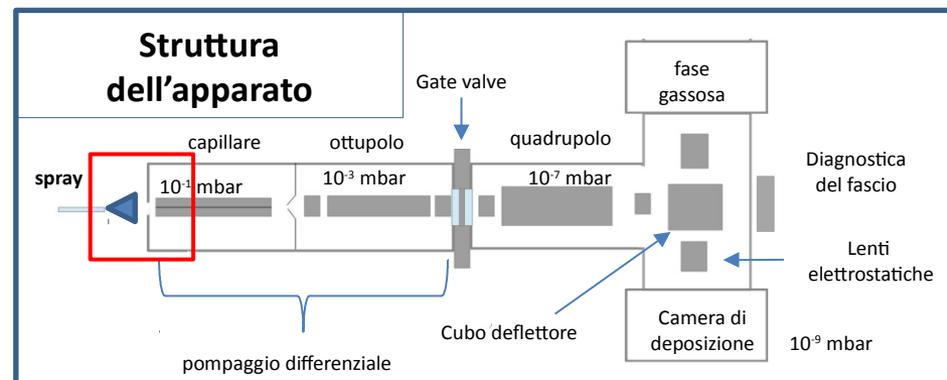
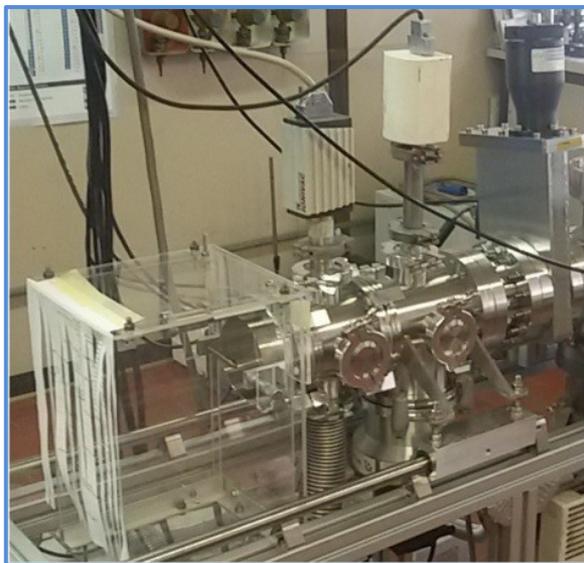
filtro in massa su carica m/z (quadrupolo)

trasporto verso deposizione

- cubo deflettore
- Lenti elettrostatiche



Modulare e non commerciale → C'è la possibilità di modificare le varie sezioni e di inserirne di nuove



Zona elettro-spray protetta per motivi di **sicurezza** (presenza HV) ed per **evitare turbolenze** che potrebbero disturbare il processo di elettro-spray



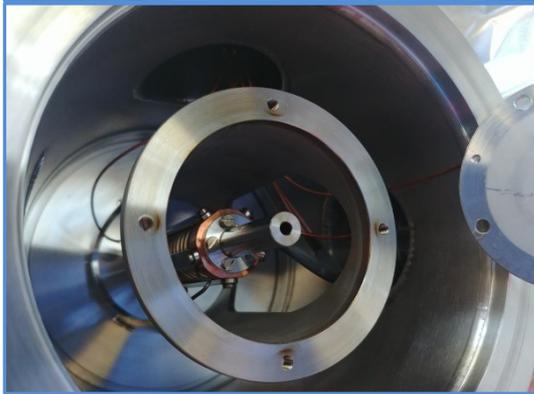
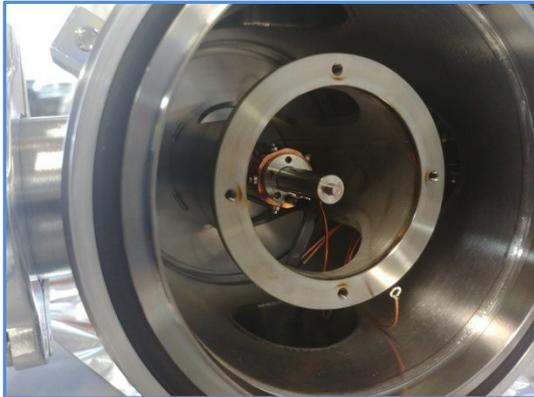
Manipolatore ago

Manipolatore per rendere  
**riproducibile e controllabile il  
posizionamento ago**

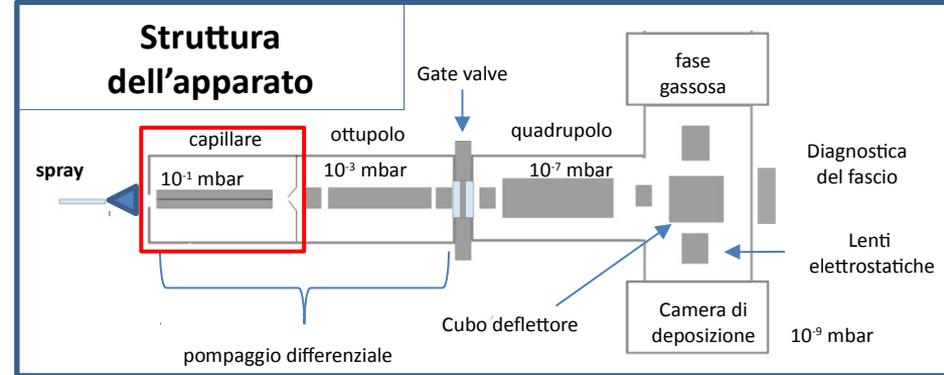


## Camera del capillare

Capillare ( $\varnothing_{out}=3$  mm  $\varnothing_{in}=0.2$  mm) riscaldato (100 -150 °C) per favorire il desorbimento del solvente



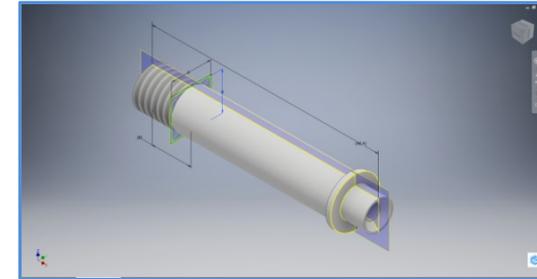
$P= 10^{-1}$  mbar



**Il capillare è un punto delicato,**  
data l'alta pressione e le dimensioni  
del foro **si ostruisce spesso**



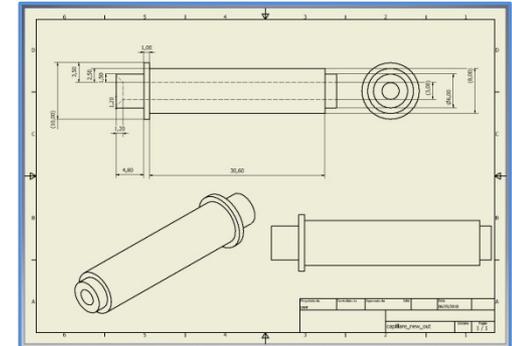
Progettazione nuovo sistema di sostegno  
capillare per renderne più facile la sostituzione  
(disegni realizzati con software Inventor)



**Massimizzare il flusso** di ioni trasportati in  
vuoto è cruciale per gli scopi di deposizione

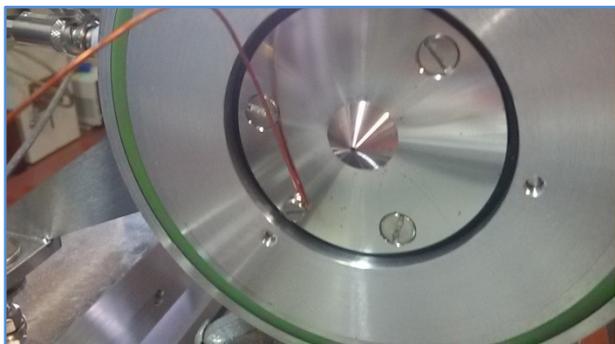


Ottimizzazione delle dimensioni del capillare ( $\varnothing_{in}=0.2$  -0.5 mm) per massimizzare il flusso  
degli ioni trasportati in vuoto

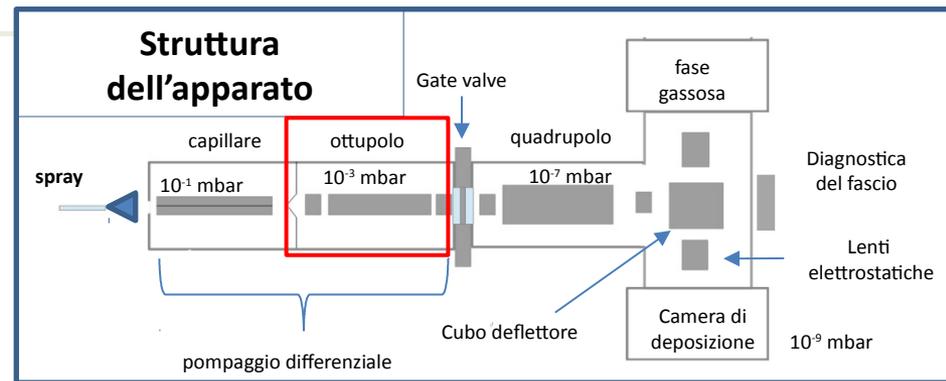
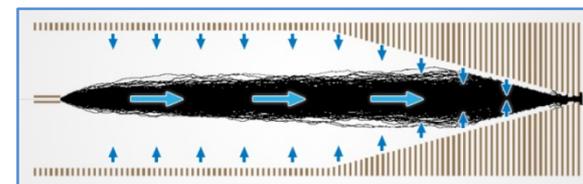


## Camera dell'ottupolo

Tra capillare e ottupolo c'è uno **skimmer** ( $\varnothing=1$  mm) che favorisce il pompaggio differenziale e l'eliminazione dei neutri dal fascio ionico ma causa anche una **netta riduzione del flusso** di ioni trasportati



Lo skimmer potrebbe essere in futuro sostituito da un **ion funnel**, strumento che garantisce un trasporto degli ioni più efficiente eliminando comunque i neutri



## L'ottupolo

funge da **guida ionica** e trasporta tutti gli ioni favorendo la dispersione dei neutri

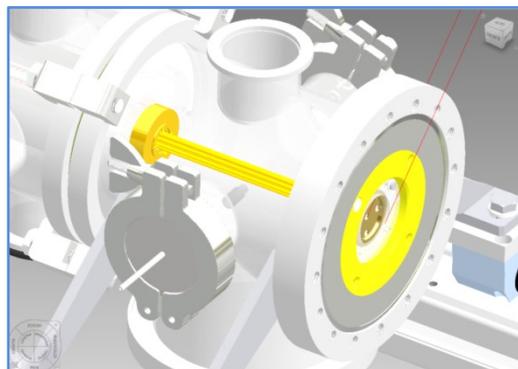
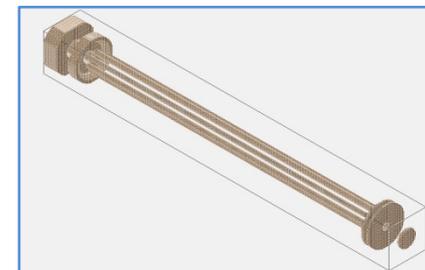
Pressione  
bassa



Assenza di solvente  
(massa e carica ormai stabili)



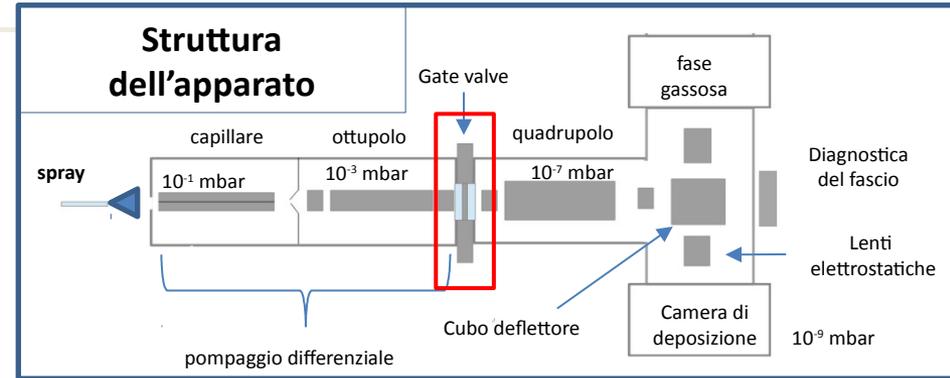
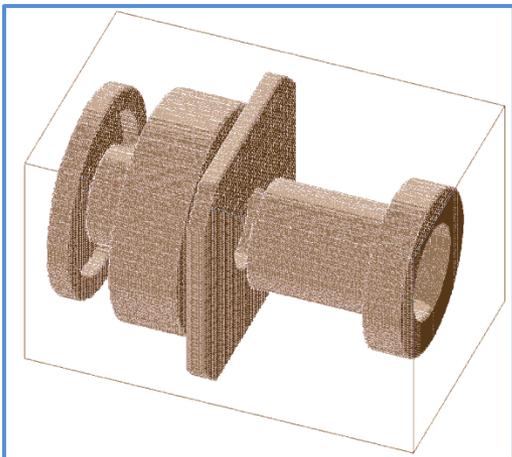
Da qui in poi si possono effettuare **simulazioni di ottica elettronica** con software dedicati ( SIMION ) per prevedere il comportamento degli ioni e scegliere le migliori geometrie e/o tensioni da utilizzare



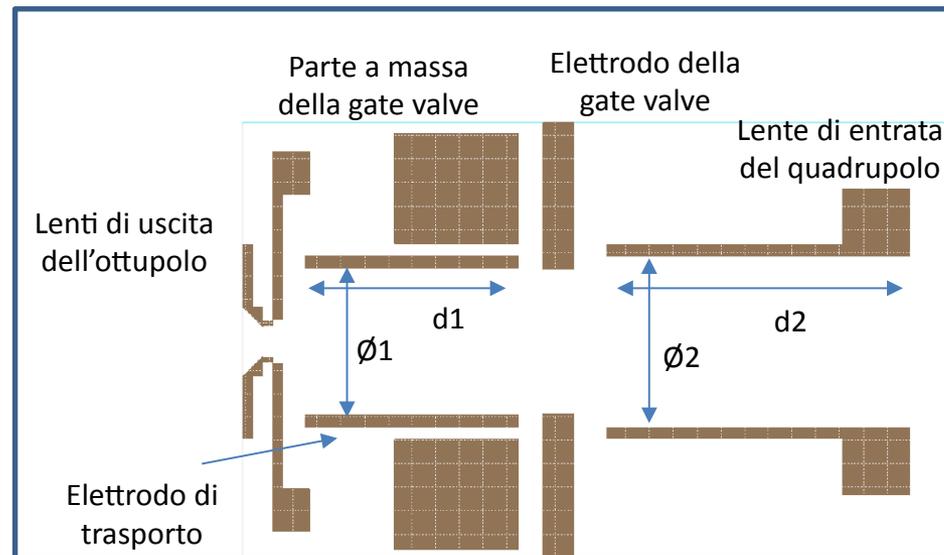
$P= 10^{-3}$  mbar

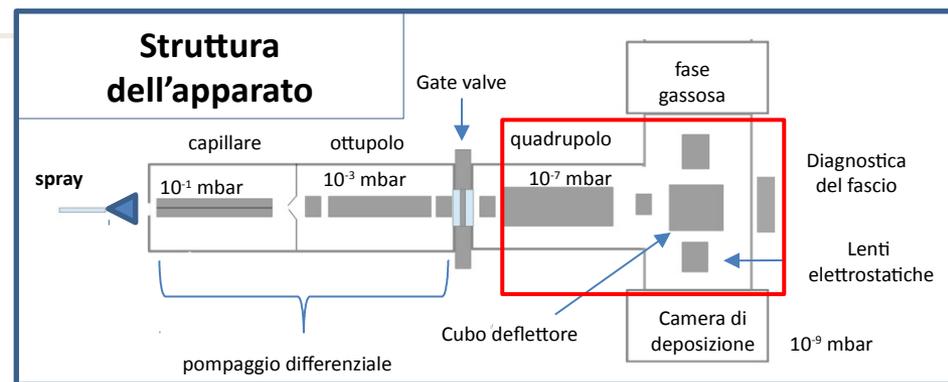
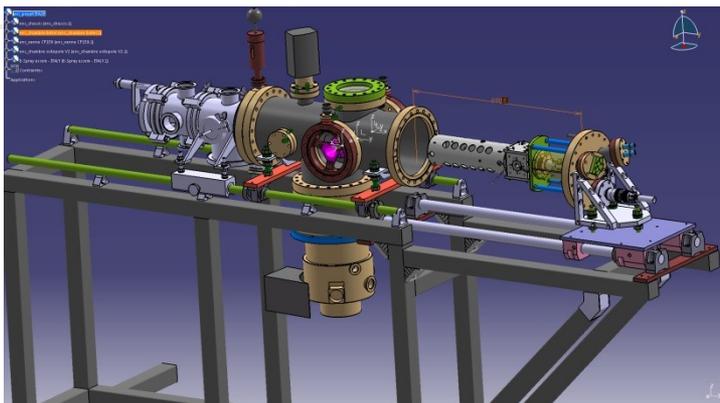
### Gate valve polarizzabile

Tra la camera dell'ottupolo e quella del quadrupolo è presente una gate valve polarizzabile necessaria **per rendere indipendenti la zona di basso vuoto ( $10^{-3}$  mbar) da quella di alto vuoto ( $10^{-7}$  mbar)**



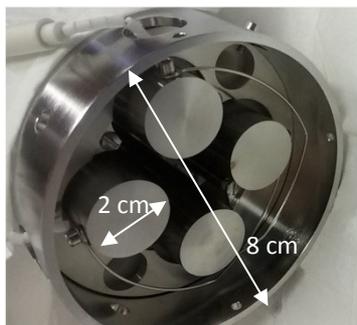
Sono state effettuate diverse **simulazioni per decidere la geometria** dei diversi elementi polarizzabili presenti vicino la valvola e necessari al trasporto del fascio al suo interno



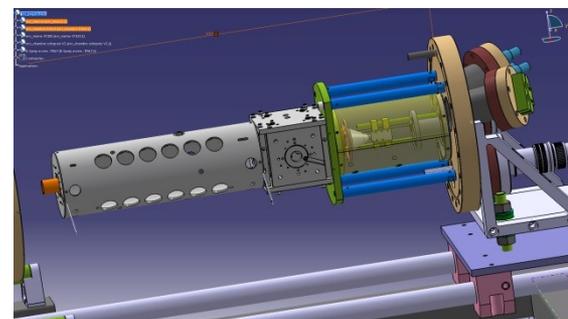


## Quadrupolo

Il quadrupolo serve per selezionare in massa su carica ( $m/z$  0-10000) le molecole presenti nel fascio ionico

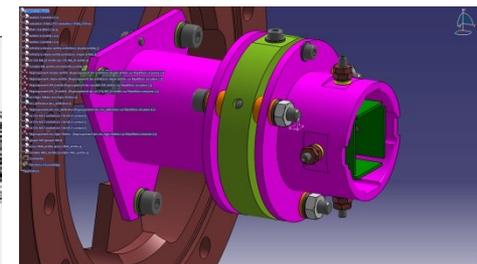
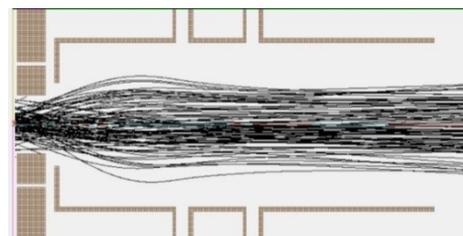
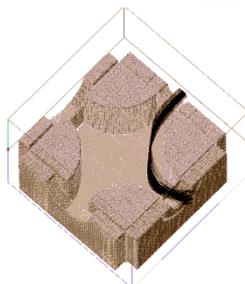


Nel caso delle proteine questo rapporto può determinare una diversa conformazione e struttura secondaria

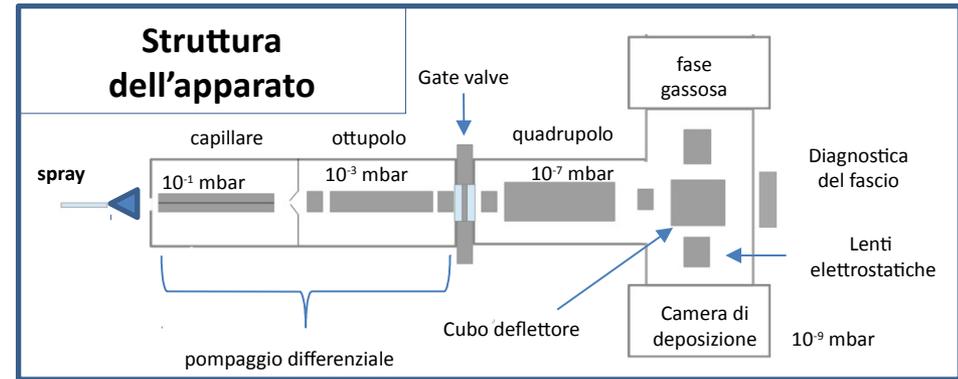


## Cubo deflettore e lenti elettrostatiche

Il cubo devia il fascio che viene poi raccolto e guidato dalla lente verso la camera di deposizione



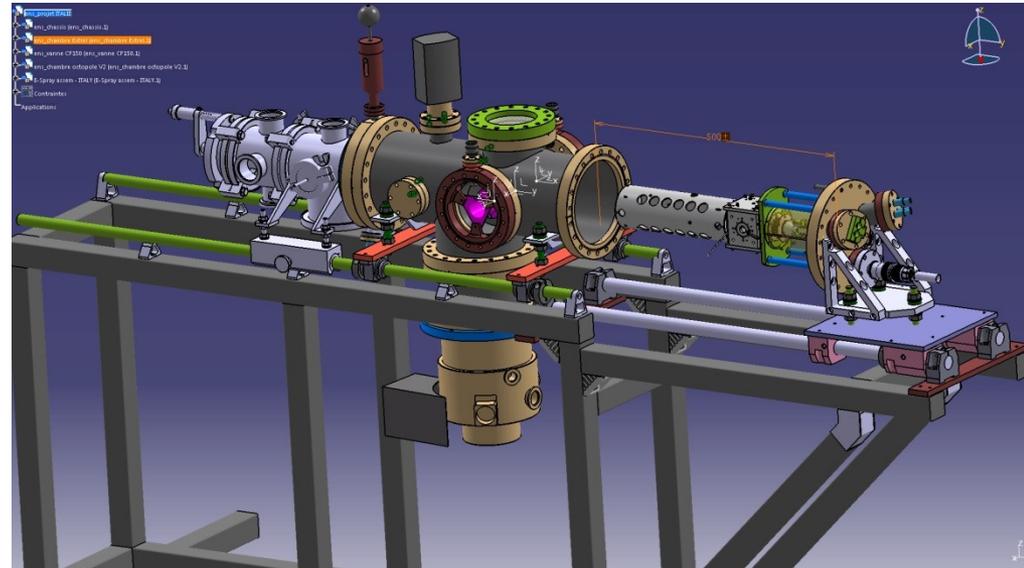
Cosa abbiamo:  
Camere del capillare e dell'ottupolo già completate e testate



Work in progress:  
Camera con quadrupolo, cubo e lenti in fase di realizzazione (consegna ottobre 2018)

Da fare:

- Installazione e caratterizzazione della camera del quadrupolo
- Progettazione camera di deposizione



Progetto Desir : GANTT (legenda Mix milestone; Dx Deliverable)

	Attività	M 1	M 2	M 3	M 4	M 5	M 6	M 7	M 8	M 9	M 10	M 11	M 12	M 13	M 14	M 15	M 16	M 17	M 18	M 19	M 20	M 21	M 22	M 23	M 24	M 25	M 26	M 28	
WP3	Prototipo per ESD in vuoto e in ultra-alto vuoto																												
Attività 3.1	Set-up modulare per ESD in alto e ultra-alto vuoto.				D1							Mi9					D8												
Attività 3.2	Camera di deposizione				D2 Mi5							D5																	
Attività 3.3	Deposizione di enzimi e di proteine selezionate in massa/carica						Mi7		D4 8										Mi11								Mi13	D12	



Mi7: Bando ricercatore TD

D1: Report su simulazione del trasporto del fascio in alto-vuoto

D2: Progetto di massima (esecutivo ) della camera di deposizione

Mi5: Ordine della camera di deposizione

## WP3 aveva

- Acquisito sorgente ESI per il trasporto in vuoto (da caratterizzare) del fascio ionico
- Acquisito QMS e deflettore Quadrupolare per la selezione  $m/z$
- Predisposto studio della trasmissione in alto-vuoto attraverso simulazioni SIMION
- Commissionato la progettazione della camera per alloggiare QMS/quadrupolo

## In pratica...



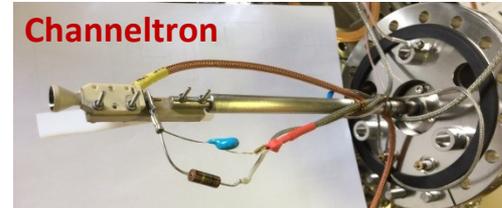
D1: Scrittura del report su simulazione del trasporto del fascio in alto-vuoto  
(J. Chiarinelli, P. Bolognesi) - *dicembre 2018*

- settembre/ottobre: predisposizione per la consegna camera QMS laboratorio Roma
- ottobre: viaggio a Caen (GANIL) per assemblaggio camera QMS (collaborazione CIMAP)
- novembre - xx: consegna camera QMS presso ISM
  - accoppiamento con sorgente ESI, cablaggio, messa in vuoto
  - realizzazione del software LabView di gestione apparato
  - test apparato con diagnostica del fascio ionico su molecole campione

**WP3 aveva**

- Implementato una camera da vuoto per la lettura della corrente ionica (channeltron) o alloggiamento di un semplice substrato per la deposizione ESI in condizioni di basso vuoto.

**In pratica... alcuni componenti sono disponibili, ma è tutto da riprogettare**



Requisiti della camera di deposizione (UHV).

Dovrà contenere:

- rivelatore per la misurazione dell'intensità del fascio ionico per l'ottimizzazione delle condizioni di trasporto;
- microbilancia al quarzo per la valutazione quantitativa del materiale trasferito
- portacampioni che possa alloggiare diversi tipi di supporto (substrati o sensori) e la possibilità di variare l'energia cinetica del fascio ionico (condizioni 'soft landing')
- sistema di estrazione del substrato attraverso traslatore/gate valve

ISM - Ionvac Processes: discussione della progettazione e realizzazione dei disegni tecnici – modalità di lavoro/tempistica da discutere insieme

D2/Mi5: consegna progetto di massima, *dicembre/gennaio 2018*

## Chi ... ?!

- Jacopo Chiarinelli (dottorando) – 80%
- Paola Bolognesi – 50%
- Andrea Morabito
- Lorenzo Avaldi
- Antonella Cartoni / Pietro Calandra
- Ricercatore TD
  - Iniziate le procedure CNR per bandire

Mi7: Pubblicazione Bando ricercatore TD - *Novembre 2018*

- .....
- Officina meccanica di GANIL (Caen, Normandia)
- IonVac (camera di deposizione)
- Antonello Ranieri (CNR-IC) / Gianni Parisi (LabView)