

Manuale Utente QSense Analyzer

compreso software di acquisizione QSoft401



The QSense Analyzer System:

- QE 401 Electronics Unit
- QCP 401 Chamber Platform
- QFM 401 Flow Module
- Accessories

Traduzione di Micaela Carega, Marzo 2024

Nordtest srl

La presente traduzione è proprietà intellettuale della società:

Nordtest srl

Via Livorno 11

15069 Serravalle Scrivia (AL)

Italia

Tel. +39 0143 62422

Email: info@nordtest.it

La riproduzione, divulgazione anche parziale non espressamente autorizzata di questa traduzione è vietata a norma di legge.

Il presente documento è una traduzione dall'originale fornito da Biolin Scientific AB, riferirsi sempre al testo originale in lingua inglese.

Sommario

1	Introduzione.....	4
1.1	Caratteristiche dell'Analizzatore.....	4
1.2	Convenzioni	5
2	Sicurezza	6
2.1	Precauzioni di Sicurezza	6
3	Panoramica del sistema QSense: Componenti.....	8
4	Installazione.....	10
4.1	Trasporto e Deposito.....	10
4.2	Spacchettamento e verifica	10
4.3	Installazione del Software.....	10
4.4	Installazione Hardware	11
4.5	Verifica dell'Installazione	13
4.6	Aggiornamento automatico del software	14
5	Funzionamento	15
5.1	Procedura di Analisi - Panoramica	15
5.2	Preparazione delle superfici del sensore.....	15
5.3	Preparazione dei liquidi campione	19
5.4	Configurazione dell'Analisi.....	19
5.5	Avviamento di un'analisi	27
5.6	Post l'Analisi.....	30
5.7	Campioni liquidi infiammabili	32
5.8	Moduli Opzionali	32
6	Risoluzione Problemi.....	49
6.1	Prima dell'Analisi	49
6.2	Avvio di un'analisi.....	58
6.3	Durante un'analisi.....	59
6.4	Dopo un'analisi.....	64
7	Specifiche Tecniche dell'Analizzatore	65
8	Dichiarazione di conformità CE	67

1 Introduzione

Questo manuale descrive la modalità di installazione e utilizzo dello strumento QSense Analyzer al fine di effettuare analisi per studi in tempo reale di superfici o processi di legami su superficie come assorbimento, interazioni, cambiamenti di massa e proprietà Meccaniche nei Film ultra sottili. Lo strumento si basa sulla tecnica brevettata QCM-D e costituisce un sistema chiavi in mano che include tutto il necessario per iniziare e produrre celermente dati di alta qualità.

Le informazioni sui principi di tale tecnica e l'interpretazione delle analisi dati non sono incluse in questo manuale.

Per iniziare a operare velocemente, si consiglia di andare direttamente alla sezione "Procedura di Analisi – Panoramica" dopo aver letto la sezione sulle procedure di Sicurezza.

1.1 Caratteristiche dell'Analizzatore

- Rilevamento delle variazioni di massa: Gli strati molecolari che si formano sulle superfici del sensore vengono rilevati a livello di nanogrammo
- Proprietà viscoelastiche: I cambiamenti strutturali negli strati assorbiti, vengono monitorati simultaneamente tramite la lettura del fattore D.
- Presentazione in tempo reale di ciò che accade sulle superfici: I valori relativi alla cinetica, all'aumento, all'assorbimento e al dissorbimento sono visualizzabili tramite l'utilizzo del software QSoft401.
- Assenza di etichette: Non vi è necessità di etichettare alcuna molecola
- Scelta adattabile di superfici: Il sensore può essere rivestito con quasi tutti i materiali a condizione che questi ultimi vengano applicati in maniera sufficientemente sottile e che siano ben adesi. La superficie può essere modificata su misura tramite evaporazione, spin-coating o un ulteriore trattamento chimico.
- Misurazioni di Portata: i Moduli di Flusso di Qsense sono specificatamente progettati per le misurazioni basate sul flusso in un ambiente a temperatura controllata.
- Camera a 4 sensori: I 4 Moduli di Flusso possono essere connessi sia in serie che in parallelo.
- Opzioni modulari per misurazioni combinate: Combinabile con elettrochimica, elissometria, microscopia e altro (necessario l'approvvigionamento di ulteriori unità hardware)
- Facilità di pulizia: Tutte le parti esposte a liquidi possono essere rimosse e immerse in vasche di lavaggio.

1.2 Convenzioni

Le seguenti convenzioni verranno applicate attraverso l'intero manuale.

Acronimi e Abbreviazioni

Le prime volte in cui appare un'abbreviazione in tale manuale, viene mostrata anche la forma estesa seguita dall'abbreviazione tra parentesi, es: Dissipazione (D). La forma abbreviata viene mostrata senza parentesi quando non viene utilizzata la forma estesa di quest'ultima. Di seguito si trova una lista di acronimi/abbreviazioni e la loro forma estesa utilizzat in questo manuale:

Abbreviazione	Significato
QCM-D	Microbilancia al quarzo con monitoraggio di Dissipazione
f	Frequenza
D	Dissipazione
seniore	Sensore QSense
modulo di flusso	Sensore rimovibile alloggiato sulla piattaforma della camera

Avvertimenti, Precauzioni e Note



AVVERTIMENTO!

Il punto esclamativo all'interno del triangolo significa che le informazioni relative al funzionamento, alla prevenzione e alla sicurezza interne a tale manuale devono essere consultate prima di utilizzare il dispositivo. Tale simbolo identifica condizioni o pratiche che possono determinare lesioni a persone o perdita della vita.

ATTENZIONE!

Note che identificano condizioni o pratiche che possono determinare danni alla Strumentazione o ad altre proprietà.

Nota!

Le note sottolineano i punti importanti!

2 Sicurezza

In nessun caso Biolin Scientific può essere ritenuta responsabile per danni diretti, indiretti incidentali o consequenziali o per qualsiasi costo derivante da o relativo a un utilizzo scorretto dell'analizzatore o dei componenti ad esso connessi, anche se Biolin Scientific è stata avvertita, è a conoscenza o dovrebbe essere consapevole di tali danni. Biolin Scientific esalta l'importanza di consultare un personale qualificato e con esperienza sul campo al fine di assicurare i migliori risultati mentre si utilizza lo strumento.

2.1 Precauzioni di Sicurezza



AVVERTIMENTO!

I requisiti di sicurezza elencati in questo manuale devono essere seguiti al fine di evitare lesioni personali o danni allo strumento QSense.

Sicurezza Generale



ATTENZIONE!

RISCHIO DI ELETTROCUZIONE. Non collegare lo strumento all'alimentazione elettrica se l'involucro è danneggiato o se qualche copertura o pannello risultano rimossi. Assicurarsi che la tensione nominale sullo strumento concordi con la tensione di linea disponibile in laboratorio. Collegare solo le uscite con la dovuta messa a terra di sicurezza, assicurandosi che il cavo di alimentazione sia facilmente accessibile una volta installato lo strumento.



AVVERTIMENTO!

• **RISCHIO DI ELETTROCUZIONE O RISCHIO INCENDIO.** Dal momento che i pulsanti potrebbero generare scintille elettriche, non posizionare lo strumento e la pompa esterna connessa in un ambiente ove sono presenti gas, fumi o liquidi infiammabili. Utilizzare una cappa per coprire i campioni e i contenitori di rifiuti quando si utilizzano campioni liquidi infiammabili. Non posizionare altri dispositivi elettrici sotto la cappa interessata.

- Lo strumento è stato progettato al solo uso interno. Non esporlo a pioggia, neve o polvere. Durante il deposito e il trasporto, lo strumento dovrebbe essere mantenuto asciutto evitando di esporlo a temperature inferiori agli 0° C e superiori ai 65° C. Non operare con quest'ultimo in ambienti la cui temperatura è inferiore ai 5° C e superiore ai 30° C
- Durante il trattamento di campioni liquidi infiammabili, garantire la prevenzione delle scariche elettrostatiche (ESD). Contattare le gli organi locali competenti al fine di acquisire informazioni sulle pratiche di prevenzione.

ATTENZIONE!

- Seguire attentamente e interamente le istruzioni. Saltare alcuni passaggi potrebbe risultare dannoso per lo strumento.
- Maneggiare con cura lo strumento durante la rimozione dall'imballo utilizzato per il trasporto. Lo strumento dovrebbe sempre essere spedito all'interno dell'imballo originale fornito dal produttore.

ATTENZIONE!

- Non impiegare troppa forza durante il collegamento e lo scollegamento dei connettori in quanto potrebbero danneggiarsi.
- Non sottoporre l'attrezzatura a urti esterni.
- Non bloccare o limitare le fessure di ventilazione
- Non esporre ulteriori parti che non siano il volume di campione nei mosuli di flusso ad acqua o altri liquidi.

ATTENZIONE!

- Se viene versato del liquido sullo strumento, scollegarlo dall'alimentazione elettrica e farlo controllare da personale autorizzato.
- Quando si maneggiano delle sostanze chimiche, fare riferimento alle informazioni di sicurezza procurate dal fornitore e alle regole generali di sicurezza del proprio Paese di appartenenza.
- Effettuare una decontaminazione appropriata nel caso in cui la strumentazione venga esposta a materiale pericoloso.
- Non installare parti sostitutive o eseguire modifiche non autorizzate sullo strumento. Rendere il prodotto al rivenditore autorizzato per la manutenzione e la riparazione al fine di garantire che vengano mantenute le misure di sicurezza. Prima di restituire lo strumento, quest'ultimo deve essere privo di contaminazione pericolosa.

Camere di Analisi e Moduli.

Ciò si riferisce a tutte le camere di analisi fornite da QSense e descritte in tale manuale, come per esempio le piattaforme di Camera QSense (QCP 401, QCP 101 and QHTC 101), il modulo di flusso QSense (QFM 401), e tutti i moduli accessori.

**AVVERTIMENTO!**

- **RISCHIO DI INCENDIO.** Quando si utilizzano dei campioni liquidi infiammabili, posizionare la piattaforma di Camera su un supporto al fine di sollevarla rispetto al campione e ai vani rifiuti. La Piattaforma deve essere posizionata più in alto in relazione al campione e ai vani rifiuti.
- Alcune parti della camera di misura e dei moduli di flusso potrebbero riscaldarsi.
- Non esporre parti che non siano il volume del campione ad acqua o altri liquidi.
- Se viene versato del liquido ove sono localizzate le parti elettriche della Piattaforma, scollegare immediatamente dal blocco elettrico e farla controllare da personale autorizzato.

Dispositivi periferici

Fa riferimento a tutti gli altri dispositivi fatta eccezione per la Piattaforma, il Modulo di Flusso e il Blocco Elettrico.

- Circa le istruzioni di sicurezza e il funzionamento dei dispositivi periferici, come per esempio il PC e la piastra riscaldante, leggere attentamente le istruzioni e il manuale fornito dal rivenditore.
- Assicurarsi che tutti gli strumenti siano collegati all'alimentazione elettrica con una dovuta messa a terra.
- Possono essere utilizzati solamente PC certificati e conformi allo standard IEC 60950.

3 Panoramica del sistema QSense: Componenti

Il sistema completo è formato dalle seguenti parti principali:

1. Sensore

Rappresenta l'elemento sensibile. La superficie di misurazione del sensore standard è in oro, ma lo strato superiore può essere formato da qualsiasi altro materiale.

2. Modulo di Flusso

Ospita un sensore. Il Modulo di Flusso è parte dell'ambiente a temperatura controllata, il quale permette al liquido di misurazione di stabilizzarsi alla desiderata temperatura durante il percorso serpentiforme prima del raggiungimento della superficie del sensore. Tale modulo può essere facilmente separato dalla piattaforma di camera e disassemblato per la procedura di pulizia.

3. Piattaforma di Camera

È la base dei Moduli di Flusso. La Piattaforma ospita 4 moduli, i quali possono essere collegati in qualsiasi configurazione desiderata – seriale o parallela – a seconda della disposizione della tubazione. Con il coperchio chiuso, la camera costituisce un ambiente a temperatura controllata munita di un dispositivo termoelettrico per il riscaldamento e il raffreddamento posto al di sotto della linea del modulo di flusso.

4. Blocco Elettronico

Ove vengono generati i segnali e raccolti i dati prima di essere inviati al PC. Ospita un cristallo di riferimento a temperatura compensata da cui hanno origine tutti i segnali, oltre a il sistema di controllo della temperatura per il dispositivo termoelettrico interno alla Piattaforma.

5. Software di Acquisizione QSoft401

Facile da usare, Software basato su Windows per acquisire e visualizzare simultaneamente le misurazioni della QCM-D a partire dai 4 sensori.

6. Software di analisi

Utensile efficace per estrarre le proprietà meccaniche, come per esempio viscosità ed elasticità, dello strumento e per progettare diagrammi e figure per la presentazione dati in maniera customizzabile.

7. Pompa Esterna

Ogni analizzatore richiede un alimentatore per i campioni, il quale è rappresentato da una pompa peristaltica presente nella dotazione standard.

8. Modulo Window (opzionale)

Permette studi di microscopia simultanei di una superficie della QCM-D se usato insieme a una piattaforma Explorer, oltre a degli studi sulle reazioni fotoindotte. Si aggancia alla Piattaforma come un modulo di Flusso Standard.

9. Modulo Ellissometria (opzionale)

Permette di eseguire simultaneamente misure di ellissometria e misurazioni QCM-D nella medesima superficie del sensore. La sorgente luminosa per l'ellissometria non è compresa nell'attrezzatura Qsense.

10. Modulo Umidità (opzionale)

Permette studi circa l'assorbimento del vapore nei film. Tale modulo contiene una membrana GORE® attraverso la quale il vapore acqueo viene condotto sopra la superficie del sensore, a partire dal percorso del flusso al di sopra.

11. Modulo Aperto (opzionale)

Il Modulo Aperto è progettato per permettere il pipettaggio del campione direttamente sulla superficie del sensore al fine di minimizzare la quantità dello stesso.

12. Modulo Elettrochimica (opzionale)

Permette di eseguire misurazioni elettrochimiche sulla superficie della QCM-D (usata come elettrodo di lavoro). Il potenziostato e il software necessari per un set up elettrochimico completo non sono inclusi nella fornitura. Tale modulo viene montato sulla Piattaforma.

13. Modulo PTFE (opzionale)

Il modulo PTFE è simile al Modulo di Flusso Standard ma il percorso del liquido è totalmente in PTFE invece che in Titanio

14. Supporto ALD (opzionale)

Il supporto per il QSense ALD è progettato per permettere le misurazioni QCM-D in fase di vuoto o gassosa. Il supporto è aperto da entrambi i lati del sensore al fine di prevenire cambi di pressione irregolari sui due lati del sensore, quindi consentire le analisi in alta e bassa pressione ambientale.

15. Modulo Elettrochimica Window (opzionale)

Tale Modulo è una modifica del Modulo Window che permette anche esperimenti di elettrochimica simultanei.

4 Installazione

4.1 Trasporto e Deposito

ATTENZIONE!

Al fine di evitare danneggiamenti, l'attrezzatura QSense dovrebbe essere sempre trasportata all'interno dell'imballo originale e depositato in un ambiente interno.

Spostamento

Se lo strumento necessita di essere spostato, assicurarsi che sia propriamente imballato, preferibilmente nell'imballo originale.

4.2 Spacchettamento e verifica

L'Analizzatore rappresenta un pezzo di attrezzatura ad alta precisione e dovrebbe essere trattata con cura. Al momento della consegna, controllare immediatamente la presenza di eventuali danni al prodotto o al materiale di imballaggio. In caso di danneggiamento, contattare il rivenditore prima di effettuare l'installazione (vedi la sez. Supporto e Assistenza)

4.3 Installazione del Software

NOTA 1: Il Software è supportato solo dal sistema operativo Windows 10

NOTA 2: Installare il software PRIMA di connettere lo strumento al PC.

La ragione di tale richiesta deriva dal fatto che i driver USB necessari per un'appropriata comunicazione tra l'unità elettronica e il PC devono essere presenti quando Windows rileverà per la prima volta la connessione al PC di un nuovo dispositivo hardware. Nel caso Windows non rilevasse drivers validi, il sistema operativo porrà questi ultimi in stato di errore. Al fine di rimuovere tale status, risulterà necessario disinstallarlo tramite Windows Device Manager. Per la disinstallazione, all'interno di Device Manager, cliccare tasto destro sul dispositivo USB in errore (contrassegnato con un punto esclamativo giallo) e scegliere Disinstalla. A seguito spegnere l'unità elettronica e non accenderla fino alla fine dell'installazione del Software.

NOTA 3: Per installare il Software, è necessario poter accedere come amministratore sul PC.

Una volta installato il software, è possibile utilizzarlo con i privilegi di un normale utente Windows.

Si noti inoltre che il software QSoft401 richiede che il PC abbiamo una porta USB 2.0 per l'acquisizione dei dati. L'ultima versione del software si individua nel sito QSense www.biolinscientific.com/qsense, nel portale di assistenza. Assicurarsi di aver disponibili le credenziali di accesso al Portale di assistenza.

Per installare il software, fare doppio click sul file "QSoft401_Installer.exe" già previamente scaricato o con l'installazione di quest'ultimo presente su un CD o su una chiavetta USB. Seguire conseguentemente istruzioni della procedura guidata.

4.4 Installazione Hardware

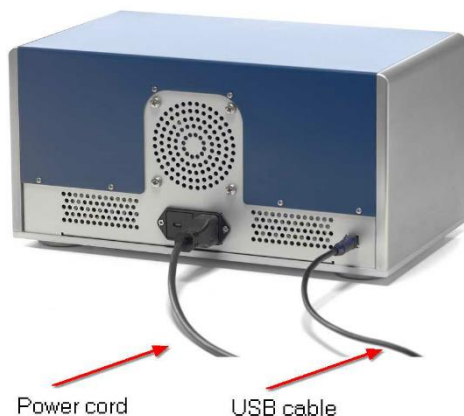
Aspetti Ambientali

- Il sistema QSense è destinato ad un utilizzo all'interno di un laboratorio.
- L'apparecchiatura deve essere posizionata su un piano stabile e devono essere riservati almeno 90 x 80 cm di spazio libero per agevolare la circolazione dell'aria nella parte superiore, inferiore e laterale della strumentazione.
- Si sconsiglia di posizionare uno condizionatore al di sotto dello strumento.
- Dovrebbe essere evitata la luce solare diretta.

Collegamento delle parti dello strumento

Prima di effettuare qualsiasi collegamento, assicurarsi che sia il computer che l'unità elettronica siano spenti.

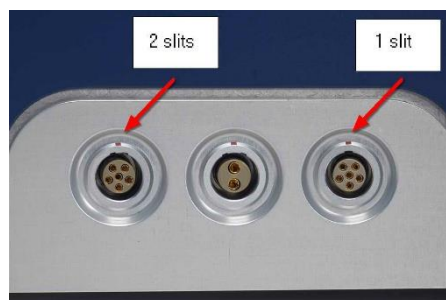
1. Per l'installazione del PC, seguire il manuale utente in dotazione.
2. Collegare il cavo USB alla porta di riferimento posta sul retro dell'unità elettronica e alla porta posta sul PC.



3. Collegare i cavi della Piattaforma alle prese poste sulla parte frontale dell'unità elettronica. Si noti che ogni cavo corrisponde a una sola presa:



Due dei cavi hanno il medesimo perno dell'elettrodo, ma differenti tab sul telaio dello strumento.



Ogni cavo corrisponde alla propria presa posta sull'unità elettronica.



Collegare la piattaforma all'unità elettronica.

Controllare che la tensione nominale posta sul pannello posteriore dello strumento sia propriamente impostato in base alle condizioni di tensione locali del laboratorio



AVVERTIMENTO!

Assicurarsi che la tensione nominale sull'unità elettronica corrisponda la linea di Voltaggio disponibile in laboratorio. Effettuare collegamenti solamente a prese di terra. Una volta collegato il tutto, assicurarsi che il cavo di alimentazione sia facilmente accessibile.

4. Collegare il cavo alla presa di alimentazione sul pannello posteriore dell'unità elettronica e attaccarlo quindi alla presa di messa a terra.

Nota!

Non accendere lo strumento fino a che il software non è stato correttamente installato sul PC. In caso contrario, il PC non sarà in grado di riconoscere la nuova componente hardware.

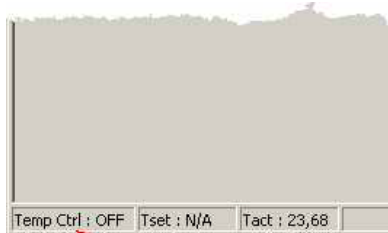
5. Per scollegare lo strumento dopo che questo è stato spento, rimuovere la spina del cavo dall'alimentazione elettrica.

4.5 Verifica dell'Installazione

Una volta che è stato installato il software e lo strumento è stato connesso via cavo USB, avviare l'unità elettronica premendo il pulsante di accensione. Se l'operazione va a buon fine, si accenderà una luce verde intorno al bottone di accensione.

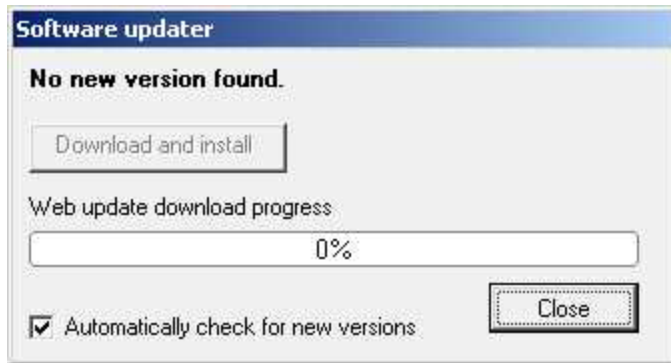


Come test finale, la corretta installazione dello strumento e del software permetterà al regolatore di temperatura posto in basso a sinistra sulla finestra principale, di essere acceso:



Accendere il regolatore di temperature cliccando due volte sul pannello Temp Ctrl.

4.6 Aggiornamento automatico del software



Sotto il menù Help è possibile controllare la presenza di nuove versioni del software. È possibile anche avere il controllo automatico dei nuovi aggiornamenti del QSoft401. Se si spunta the "Automatically check for new versions", a ogni avvio, tale software verificherà la presenza di una connessione internet e, nel caso l'operazione andasse a buon fine, contatterà il server di Biolin Scientific al fine di vedere se è disponibile una nuova versione di software. Nel caso venisse rilevata, verrà richiesta l'approvazione. Se il computer non fosse connesso a internet, sarà necessario trovare un altro dispositivo. In tal caso si deve fare l'accesso sul Portale di Assistenza della homepage di Biolin Scientific.

4.7 Pulizia

Il blocco elettronico e la copertura della Piattaforma possono essere puliti con un panno umido. Assicurarsi che le superfici siano immediatamente asciutte dopo la pulizia.

Per la pulizia dei moduli e delle superfici esposte ai fluidi campione, vedere la sezione "Funzionamento".

Per la pulizia del PC, seguire il manuale del produttore dello stesso.

5 Funzionamento

5.1 Procedura di Analisi - Panoramica

Il diagramma di flusso qui sotto elenca i passaggi necessari per una soddisfacente analisi QCM-D. Tutti gli step sono descritti in dettagli in questo capitolo, individuabili sotto i rispettivi simboli del diagramma di flusso.



Preparazione delle superfici del sensore

- Pulizia
- Funzionalizzazione
- Caricamento del sensore

Preparazione dei liquidi campione

- Degassing
- Stabilità di temperatura
- Proprietà delle Soluzioni

Configurazione dell'analisi

- Collegamento della tubazione
- Montaggio del sensore nel Modulo di Flusso

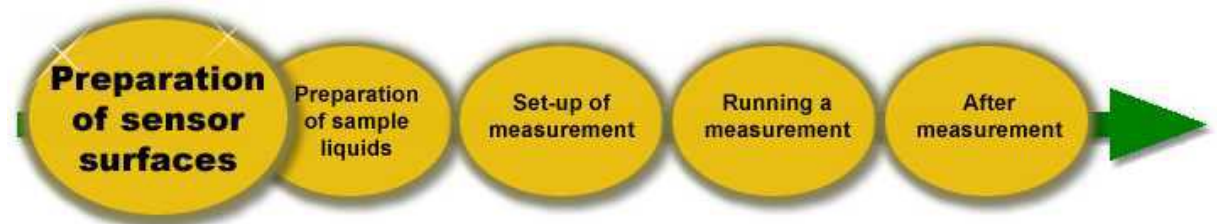
Avviamento di un'analisi

- Controllo della compatibilità chimica
- Procedura di Analisi

Post Analisi

- Pulizia

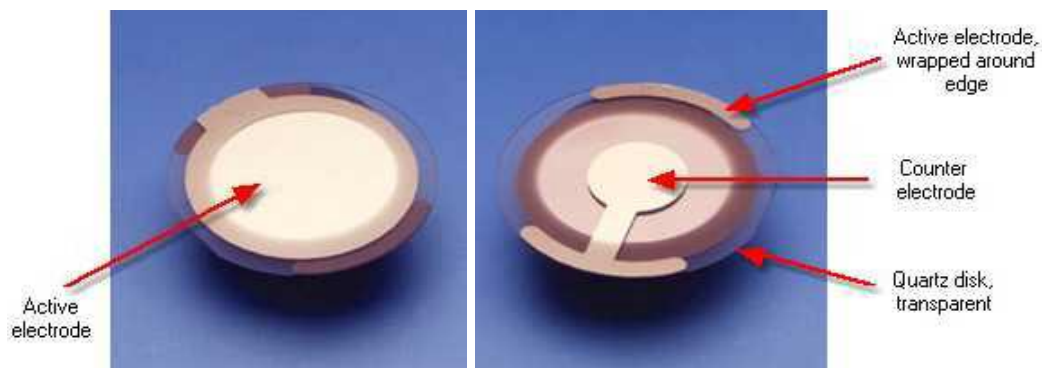
5.2 Preparazione delle superfici del sensore



Il sensore QSense

Le figure a seguito mostrano un sensore standard rivestito in oro. Tale sensore consiste in un disco di quarzo con elettrodi in oro atomizzati in entrambi i lati.

Una volta montato all'interno del modulo, il lato attivo entrerà in contatto con il campione durante l'analisi (vedi immagine). Il contro-elettrodo e i contatti elettrici si trovano sul lato posteriore (lato di contatto) del sensore e non entreranno in contatto con la soluzione campione. L'estremità circolare opaca dell'elettrodo attivo è un'area ad alta ruvidità rispetto a quella lucida centrale. Tale area è parte dell'angolo smussato del disco di quarzo e non è lucido.



Utilizzo del Sensore

- Tenere il sensore in un ambiente pulito. Quando non è in uso, porlo nella sua scatola originale.
- Evitare di graffiare la parte centrale del sensore.
- Sciacquare sempre il sensore con acqua purificata o con un altro liquido puro appropriato prima di asciugarlo.
- Usare sempre un flusso gas inerte, secco e privo di olio per asciugare il sensore. Il liquido dovrebbe essere debellato dal sensore piuttosto che evaporare su di esso.
- Afferrare il sensore con un paio di pinzette; l'utilizzo delle mani contaminerebbe il sensore. Mantenere il sensore dal lato più esterno fuori dall'area dell'elettrodo al fine di prevenire graffi, come dimostra l'immagine a seguito. Le pinzette dovrebbero avere un'estremità arrotondata e una superficie di contatto liscia.



Preparazione delle Superfici del Sensore

Nota!

Le proprietà di Superficie del sensore sono fondamentali per l'interazione del materiale campione con la superficie stessa. Pertanto, l'uso delle procedure proprie circa la pulizia e la preparazione della superficie vengono richieste al fine di ottenere analisi riproducibili.

Pulizia

Si noti che un nuovo sensore potrebbe essere contaminato da idrocarburi o polvere. Prelavare la superficie potrebbe donare risultati QCM-D maggiormente riproducibili.

Il metodo di pulizia più appropriato dipende dal sistema di campionamento, dall'interazione del campione con la superficie del sensore e dalle proprietà del sensore stesso. Si prega di fare riferimento alla documentazione QSense "Cura dello strumento e prelavaggio del sensore" per una descrizione dettagliata dei raccomandati protocolli di pulizia per le superfici del sensore.

Per evitare un'ulteriore contaminazione durante il risciacquo e l'asciugatura del sensore, si prega di osservare le seguenti istruzioni:



1. Sciacquare il sensore con acqua purificata e un altro liquido puro appropriato.

Nota!

Afferrare il sensore con un paio di pinzette da sotto al fine di evitare di trascinare i contaminanti dalle pinzette al sensore.

2. Debellare il liquido dal sensore con un flusso di azoto gassoso

Nota!

Il liquido rimanente sul lato del sensore può essere assorbito da un panno pulito privo di pelucchi.

Per una migliore protezione dei sensori, si utilizza il supporto per la pulizia in PTFE (QCLH 301) durante il lavoro con questi ultimi. Il supporto in PTFE mantiene i sensori in posizione stabile prevenendo graffi e contatto quando vengono immersi in ambiente liquido.

Modifica della superficie

Il sensore può essere rivestito con quasi tutti i materiali a condizione che lo strato possa essere applicato in maniera sufficientemente sottile e ben adesa. La superficie può essere modificata su misura da evaporazione, spin-coating, o trattamenti chimici. Riguardo i suggerimenti relativi allo spin-coater, si prega di contattare il rivenditore.

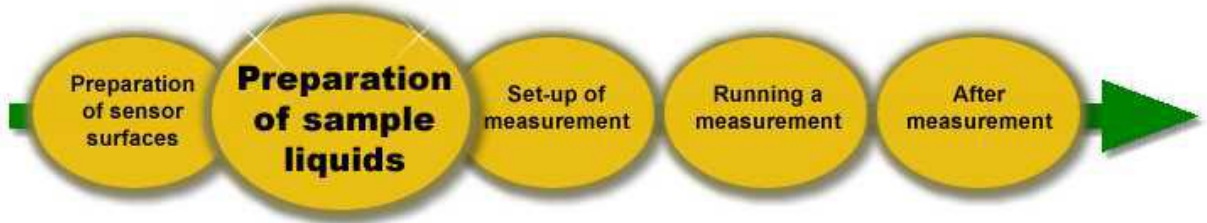
Caricamento del sensore/spessore

Lo spessore dei film applicati potrebbe variare da pochi Ångström a pochi micron. Lo spessore massimo dipende dalle proprietà viscoelastiche del materiale applicato. Basicamente il carico del sensore è limitato da due fattori: la totale attenuazione e la perdita di sensibilità.

Per materiali altamente viscosi o solidi, l'attenuazione del sensore aumenterà in base all'incremento dello spessore dello strato di film. Ad un certo punto di spessore (circa due micron), l'attenuazione diventerà troppo alta e il sensore non potrà essere più utilizzato, quindi l'analisi non andrà a buon fine.

Altri materiali molto elastici non si abbinano completamente all'oscillazione del sensore. Con l'aumento dello spessore dello strato, le parti più esterne dell'accoppiamento dello strato attaccato si indeboliranno e, ad un certo punto di spessore (solitamente pochi micron) quest'ultimo verrà perso completamente. In tal caso, un'analisi potrà essere ancora eseguita ma lo strumento percepirà solamente la parte di strato nelle vicinanze del sensore.

5.3 Preparazione dei liquidi campione



Per minimizzare l'alterazione delle analisi in fase liquida, il liquido campione dovrebbe essere attentamente preparato. I cambiamenti di temperature, le proprietà dei solventi oltre che le bolle d'aria influenzeranno il segnale del sensore. Per misurazioni riproducibili, si consiglia di tenere presente quanto segue:

Degassing del liquido campione

Il liquido campione dovrebbe essere degassato (per esempio in un bagno sonicatore) prima di un'analisi al fine di ridurre il rischio di formazione di bolle d'aria nel sistema di misurazione.

Temperatura del liquido campione

Al fine di evitare la formazione di bolle d'aria e di ridurre la temperatura dei relativi artefatti, il liquido campione dovrebbe avere approssimativamente la medesima temperatura della camera di analisi in modalità di lavoro. Mantenendo la temperatura della camera lievemente più bassa (~ 2 °C) rispetto a quella relativa alla parte esterna del contenitore del liquido campione, si ridurrà anche il rischio di formazione di bolle d'aria nella soluzione a base d'acqua (poiché la solubilità di un gas in acqua diminuisce con l'aumento della temperatura).

Proprietà della Soluzione

La tecnica QCM-D è sensibile ai cambiamenti della soluzione di massa sui film applicati. Per evitare effetti indesiderati nei segnali a causa di cambiamenti nelle proprietà del liquido campione (o solvente), le soluzioni dovrebbero essere preparate con cura. A seguito due regole pratiche:

- Usare preferibilmente campioni ad alta concentrazione e diluiti nel appropriato liquido tampone (o solvente) prima di effettuare l'analisi.
- Usare solventi o liquidi tampone provenienti dallo stesso stock durante l'analisi.

5.4 Configurazione dell'Analisi



La configurazione rappresentativa è la modalità a flusso continuo, ove i fluidi vengono scorsi sulla superficie successivamente utilizzando una pompa esterna. Arrestando la pompa dopo ogni risciacquo del campione, è possibile applicare la modalità batch (arresto della modalità a flusso).

Nota!

Si prega di osservare i seguenti punti prima di preparare la camera e i moduli di flusso per le analisi:

- Sciacquare sempre con acqua purificata e con un altro liquido puro appropriato (es. alcool) prima di procedere all'asciugatura delle parti della camera/moduli di flusso.
- Utilizzare sempre azoto o un altro gas inerte per asciugare qualsiasi parte della camera/modulo di flusso.
- Utilizzare solo un panno morbido e privo di pelucchi per asciugare o pulire le parti della camera/modulo di flusso.
- Usare un paio di pinzette per maneggiare gli o-ring in quanto l'utilizzo a mani nude contaminerebbe questi ultimi.
- Tenere il sensore tramite le pinzette poiché, utilizzando le mani, quest'ultimo potrebbe risultare contaminato. Trattenerlo dalla parte più esterna al di fuori dell'elettrodo (come mostrato nel capitolo "Preparazione delle superfici del sensore"). Le pinzette dovrebbero avere un'estremità arrotondata e delle superfici di contatto lisce.

Il Modulo di Flusso

Il Modulo di Flusso è il nucleo del sistema di analisi ed è attentamente progettato per:

- Quando i solventi/tamponi devono essere sostituiti
- Flussi di liquidi o gas
- Assorbimento e deassorbimento delle molecole/particelle a partire da una soluzione (proteine, lipidi, tenso-attivi, polielettroliti, ecc.)
- Flusso di gas con umidità variabile

Con il Modulo Elettrochimica montato possono essere misurati, oltre che i parametri elettrochimici, la frequenza e la dissipazione; con il Modulo Window installato, vengono abilitati anche il monitoraggio ottico o le reazioni fotoindotte; con il Modulo Ellissometria, possono essere, invece, analizzati, oltre che gli angoli ellissometrici delta e psi, anche la frequenza e la dissipazione.

Poiché questo è completamente separato del resto dello strumento, i differenti Moduli di Flusso possono essere mantenuti separati per differenti tipologie di esperimenti, oltre che per differenti utenti.

ATTENZIONE!

Le versioni precedenti del Modulo di Flusso non resistono a temperature più elevate di 120°C. I Moduli di Flusso adattati per le alte temperature (massimo 150°C) possono essere identificati tramite un 'H', scritta a lato del Modulo.

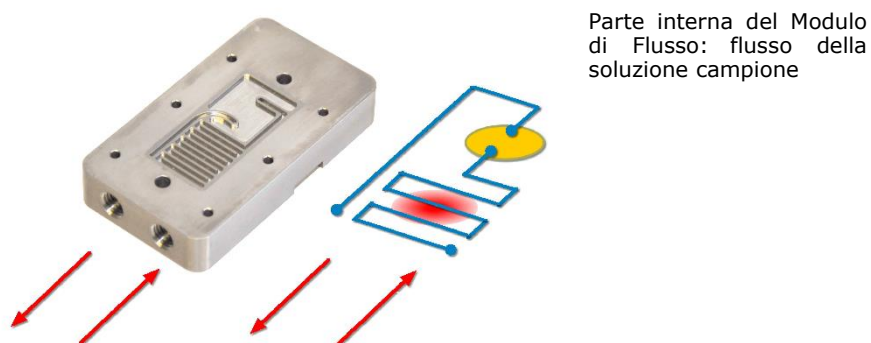
Funzionamento del Modulo di Flusso

Sono presenti un'entrata e un'uscita sul Modulo di Flusso, indicati con le frecce. Al fine di assicurare un'ottima stabilità di temperatura durante un'analisi, il liquido campione dovrebbe fluire in questa direzione:



Le frecce poste sul modulo indicano la direzione del flusso.

Quando il liquido fluisce attraverso l'entrata, questo passa attraverso un canale serpentiforme ove si stabilizza alla temperatura stabilita, prima di accedere alla cavità della camera dove si trova il sensore. Dopo il sensore, quest'ultimo viene diretto verso l'uscita. L'intero modulo viene scaldato e raffreddato alla temperatura impostata della Piattaforma, quando viene bloccato in una posizione sulla Piattaforma stessa.



Tutte le parti esposte al liquido campione possono essere smontate per la pulizia – vedere la sezione “Post Analisi”.

ATTENZIONE!

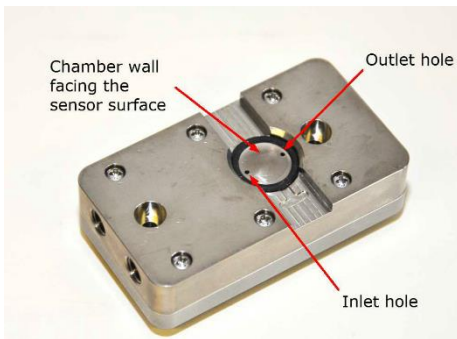
La parte inferiore includente le viti a pollice e i perni dell’elettrodo non dovrebbero essere smontati, immersi in qualsiasi soluzione detergente o entrare in contatto con qualsiasi liquido!

Specifiche QFM 401	
Sensori	Compatibile con tutti i sensori QSense da 14 mm
Volume Interno	Totale ~140 µl Canale di Flusso ~100 µl, Cristallo sopra il sensore ~40
Tipologia di Analisi	Misurazioni di liquidi a flusso o stagnanti
Materiali esposti a liquido	Viton (O-ring e guarnizioni), titanio
Pulizia	Tutte le parti sono disassemblabili per la pulizia
Dimensioni	Altezza: 37 mm; Larghezza: 35 mm; Profondità: 63 mm

Montaggio del Sensore

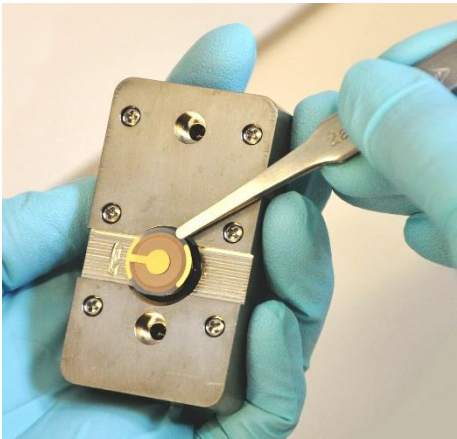


1. Svitare il modulo di flusso. Per maggiore stabilità, quest'ultimo può rimanere posizionato nel suo supporto durante lo svitamento.



2. L'entrata e l'uscita alla cavità della camera saranno quindi visibili, all'interno sarà presente l'o-ring.

Importante! Assicurarsi che l'O-ring sia ben disteso nella sua posizione



3. Posizionare il sensore con il lato attivo verso il basso, poggiandolo sopra l'o-ring. L'elettrodo a forma di ancora dovrebbe quindi puntare, come indicato sul Modulo, verso sinistra.

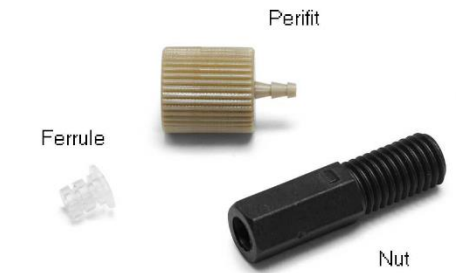


4. Un sensore montato correttamente deve avere la parte posteriore rivolto verso l'alto e il lato attivo rivolto verso il basso verso il flusso.

Controllare che il sensore sia parallelo alla rientranza dell'alloggiamento. Tale sensore non deve entrare in contatto con le parti metalliche del Modulo. Controllare che l'o-ring scuro sia visibile dal piccolo spazio vuoto che delimita il perimetro del sensore. Regolarlo verso il centro se necessario.

Collegamento dei raccordi

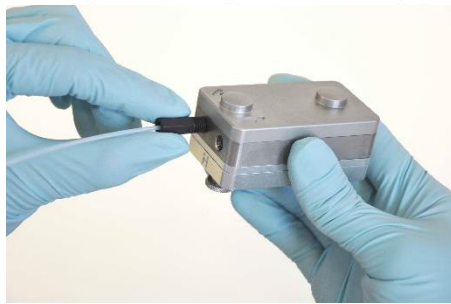
I raccordi per la configurazione del percorso di flusso con i Moduli sono formati da componenti Standard in PLC e vengono forniti nel Liquid Handling Set. Questi vengono montati come segue:



1. Per collegare la tubazione al Modulo di Flusso, sono necessari un dado e una ghiera. Per il collegamento alla pompa peristaltica è invece necessario un perifit.



2. Far scivolare il dado sopra il tubo in PTFE, con i fili verso la fine del tubo. In seguito, far scivolare la ghiera sopra il tubo, posizionando la parte col diametro più largo verso la fine.



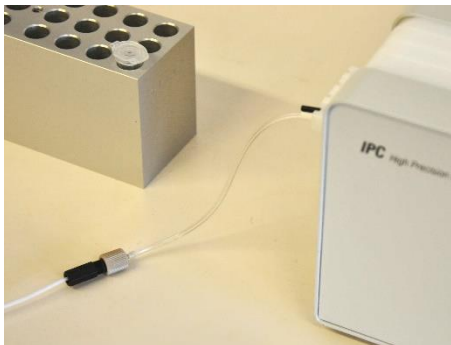
3. Avvitare il dado sul Modulo di Flusso. La ghiera si comprimerà sul tubo e sigillerà il raccordo.

Nota!
La ghiera non può essere riutilizzata per un altro tubo.



Collegamento della tubazione alla pompa

Il perifit collega la tubazione in PTFE con quella flessibile della pompa.



Per collegare la tubazione standard spedita con la pompa, si utilizza il perifit insieme al dado e alla ghiera.

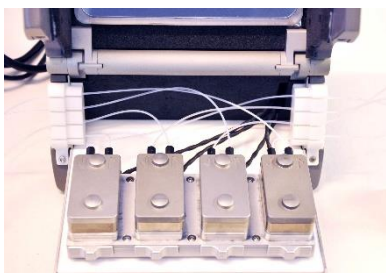
Configurazione della Piattaforma di Camera dell'Analizzatore.

La configurazione Standard di un'analisi consiste nel prelevare il campione attraverso il sistema, dai portacampioni (facoltativamente, contenuti in un blocco di calore, se si effettuano misurazioni a temperature molto al di sopra di quella ambientale), attraverso il sistema, avendo la pompa dopo i Moduli di Flusso. Con la pompa connessa *dopo* la camera di analisi nel sistema di flusso, si evitano perdite e fuoriuscite di liquido e la contaminazione della tubazione della pompa risulterà meno critica



Configurazione Allestimento completo con campioni pompati a partire dal supporto portacampioni a destra, attraverso la camera di misurazione fino al vano rifiuti posto a sinistra.

La Piattaforma di analisi contiene 4 Moduli di Flusso. Questi possono essere configurati in qualsiasi combinazione – tutti e quattro serialmente, tutti e quattro in parallelo, un solo modulo, ecc, a seconda di come questi ultimi vengono interconnessi tramite la tubazione. Il software eseguirà da una a quattro misurazioni indipendenti, a prescindere dal loro ordine.



4 Moduli di Flusso , configurati in parallelo

1 2 3 4

Ordine dei sensori, usati nel software.

Dispositivo di riscaldamento esterno

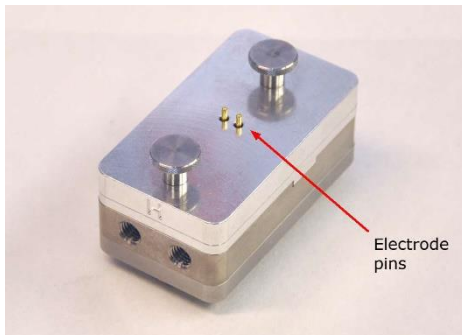
Se la temperatura di lavoro desiderata è superiore ai 50 °C, sarà necessario approvvigionarsi una piastra riscaldante. La Piattaforma di Analisi dovrà essere posizionata saldamente al di sopra della piastra facendo attenzione che i piedini in gomma della camera non entrino in contatto con quest'ultima. La temperatura della piastra dovrebbe essere impostata approssimativamente a 20°C in meno rispetto alla temperatura di lavoro desiderata.



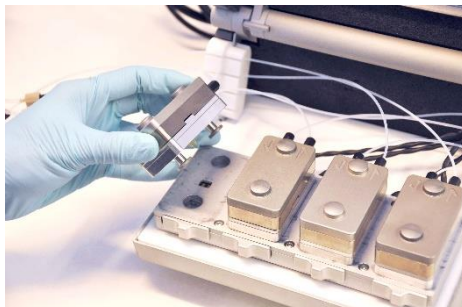
AVVERTIMENTO! RISCHIO DI INCENDIO.

- La piastra riscaldante deve essere posizionata su una superficie ignifuga.
- Lasciare almeno 30 cm di spazio *per tutto il perimetro* della piastra riscaldante e della camera. Riservare ulteriori 50 cm *sulla parte superiore* della piastra e della camera.
- I piedini di supporto in gomma posti sul fondo della camera non devono essere posizionati o entrare in contatto con la piastra riscaldante.
- La temperatura della piastra riscaldante deve essere mantenuta **al di sotto** dei 50°C

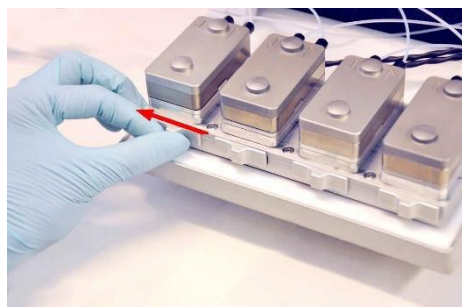
Lavorare con il Modulo di Flusso



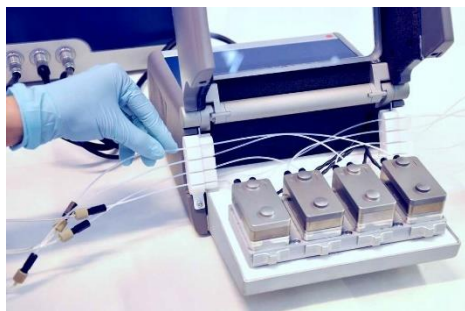
1. Posizionare il Modulo di Flusso con i perni a molla dell'elettrodo che puntano verso il basso...



2. ...affinchè entrino in contatto con le piastra poste sul blocco di calore della Piattaforma.



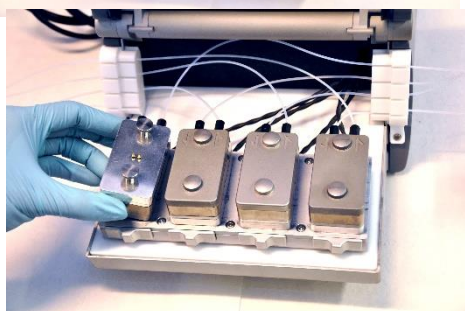
3. Chiudere il fermo.



4. Allineare i tubi nelle fessure in PTFE poste a lato della camera.

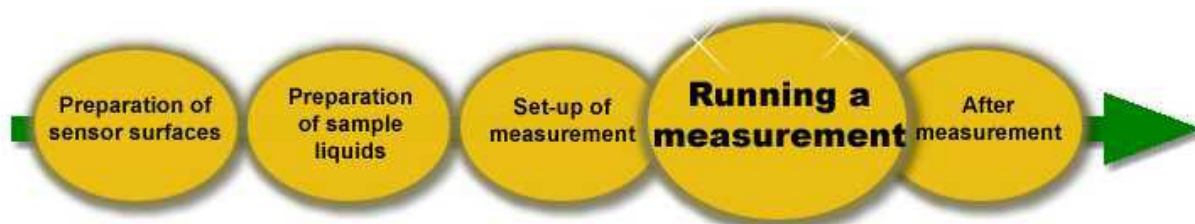


5. Chiudere il coperchio.



6. Tra una misurazione e l'altra, capovolgere il Modulo di Flusso per una migliore maneggevolezza durante il caricamento del sensore, ecc.

5.5 Avviamento di un'analisi



ATTENZIONE!

Prima di avviare un'analisi, assicurarsi che il fluido campione sia chimicamente compatibile con il Modulo di Flusso (incluso anche O-ring e guarnizioni), tubazione della Pompa e sensore.

Le parti standard esposte al campione sono composte dai seguenti elementi:

- Tutte le parti in metallo che entrano in contatto con i fluidi campione sono fatte in **titanio**, grado 2
- I tubi da e verso i Moduli sono fatti in **PTFE**
- Le tubazioni della Pompa sono in Tygon, R-3607
- Gli O-ring standard sono fatti in gomma A-type **Viton®**

- Le guarnizioni a tenuta Standard sono fatte in A-Type **Viton®**

Una breve tabella circa i dati della compatibilità chimica si può trovare alla sezione "Guida ai Materiali".

Procedura di analisi

Step 1 Collegare la pompa e i tubi ai Moduli di Flusso.

Step 2 Assicurarsi che la Piattaforma sia connessa all'unità elettronica, che quest'ultima sia propriamente collegata al PC e che il software QSoft401 sia avviato (vedi la sezione "Installazione")

Step 3 Montare il sensore nel Modulo di Flusso e posizionarlo sul Blocco di Calore presente sulla Piattaforma (vedi la sezione "Montaggio del Sensore")

Step 4 Attivare il controllo della temperatura (vedi la sezione: "QSoft401"). Regolare il set point della temperatura al valore desiderato e aspettare 5-10 minuti per la termostatazione (potrebbe essere necessario un tempo più lungo se si tratta di temperature che si differenziano notevolmente da quella ambientale). Se la temperatura di lavoro desiderata è maggiore di 50°C, impostare la temperatura della piastra riscaldante a una temperatura inferiore di 20°C rispetto a quella di lavoro.

Step 5 Trovare delle risonanze (vedi il sottocapitolo "Configurazione Di Analisi" nel capitolo "QSoft401". Si raccomanda di fare ciò prima del riempire di liquido i moduli di flusso. Se dovessero mostrarsi risultati inattesi durante la ricerca delle risonanze, la ragione può essere individuata più facilmente se i moduli sono asciutti.

Step 6 Avviare la pompa e riempire i Moduli di Flusso con la Soluzione Tampone.

Step 7 Avviare l'acquisizione dati (vedi il sottocapitolo "Configurazione Di Analisi" nel capitolo "QSoft401".).

Step 8 Dopo aver aspettato 10-20 minuti per la stabilizzazione dello strumento (stabilizzazione della temperatura e il rilassamento dello stress nell'O-ring per esempio), riavviare l'analisi per iniziare con un'ottima linea di riferimento. Questo è il tempo analisi effettuate a temperatura ambiente. Il lavoro a temperature maggiori potrebbe richiedere un tempo di stabilizzazione più lungo.

Step 9 Se viene utilizzato il Modulo a Flusso continuo, arrestare temporaneamente la pompa, cambiare il tubo di collegamento al portacampioni e avviare nuovamente la pompa per riempire la camera con il fluido consecutivo, il tutto mentre avviene l'acquisizione dei dati. Assicurarsi che non vengano introdotte bolle d'aria all'interno del sistema durante la variazione dei fluidi. Continuare a cambiare i fluidi del campione fino al termine dell'analisi.

Nota!

Per analisi ottimali:

- La temperatura del liquido campione dovrebbe stare entro i +/- 2 °C in comparazione alla temperatura impostata nella camera. Avendo l'interno della camera a una temperatura leggermente più bassa rispetto a quella della parte esterna del campione, si ridurrà il rischio di formazione di bolle d'aria.
- La velocità di risciacquo non dovrebbe superare i 1 ml/min per permettere al liquido campione di avere un tempo sufficiente per la stabilizzazione della temperatura nel flusso prima di raggiungere la superficie del sensore.
- Aspettare approssimativamente 10-20 minuti dopo l'inserimento del liquido all'interno della camera prima che il sensore arrivi all'equilibrio T. Conseguentemente riavviare l'acquisizione confermare la stabilità della linea di riferimento per alcuni minuti prima dell'introduzione del campione.

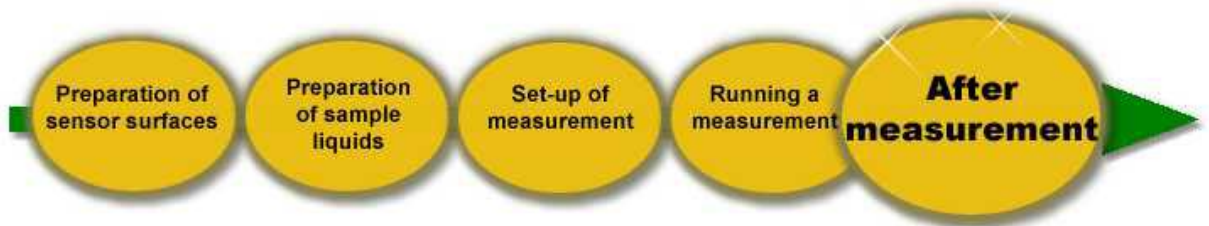
Verifica delle Performance del Sistema

Una volta che il sensore è correttamente montato, il Modulo di Flusso privo di bolle d'aria e la temperatura interna a quest'ultimo stabile, l'apparato dovrebbe performare come segue:

- La linea di riferimento per f e D dovrebbe essere stabile. Per esempio, un sensore standard non rivestito in oro, in acqua non dovrebbe derivare più di 2 Hz/ora e rispettivamente 0.2×10^{-6} . In aria le derivate sono normalmente più grandi, a causa di cambiamenti più lenti quali umidità e temperatura, la quale è un conduttore termico più povero rispetto al liquido.
- Il livello di rumore dovrebbe essere inferiore a 0.6 Hz (da picco-a picco) e rispettivamente a 0.15×10^{-6} (da picco-a picco) misurato entro un periodo di 2 minuti
- Il valore assoluto f del tono di risonanza fondamentale dovrebbe stare nell'intervallo 4.9 - 5.0 MHz.
- I valori di Dissipazione assoluta in aria maggiori di 40 per $D1$ sono una forte indicazione che il sensore non è stato montato correttamente (se non rivestito da uno strato spesso e soffice). Controllare sempre la tabella dei valori f & D nelle impostazioni del sensore per avere conferma che il valore $D1$ sia abbastanza basso prima dell'adescamento col liquido. Tali valori si possono ottenere anche da un file di dati grezzi cliccando sul tasto destroy e scegliendo "Toggle Abs Dissipation values..."
- In acqua deionizzata a 20°C, il valore $D3$ dovrebbe essere $181 \pm 5 \times 10^{-6}$. In acqua deionizzata a 25°C, il valore $D3$ dovrebbe essere $172 \pm 5 \times 10^{-6}$.

Se dovesse verificarsi qualsiasi deviazione di valori tra quelle sopra elencate, controllare la sezione "Risoluzione Problemi".

5.6 Post l'Analisi



Si richiedono procedure di pulizia adeguate per i Moduli di Flusso al fine di avere analisi stabili e riproducibili. Si raccomanda di pulire il modulo di flusso immediatamente dopo ogni analisi. A seconda dei propri bisogni, scegliere una pulizia più o meno intensa. Solitamente, si considera necessaria una pulizia profonda solo tra esperimenti configurati in maniera differente. Per ulteriori protocolli di pulizia, fare riferimento alla documentazione "Cura dello strumento e prelavaggio del sensore"

Nota!

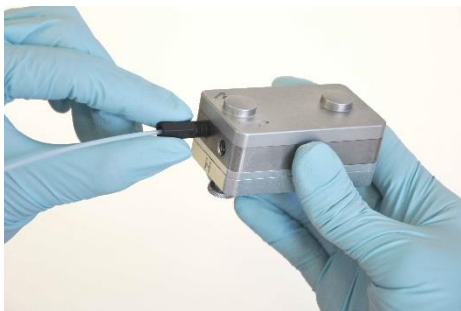
Assicurarsi che il modulo sia a una temperatura indicata per effettuare operazioni in sicurezza prima di toccarlo.

Procedura di pulizia minima da effettuare a ogni analisi:



1. Risciacquare abbondantemente con soluzione tampone, acqua milli-Q o con il solvente utilizzato durante l'analisi prima di rimuovere il sensore.
2. Asciugare le parti visibili del Modulo di Flusso interno, ove è posizionato il sensore.
3. Inserire un nuovo sensore

Procedura di pulizia estesa consigliata:



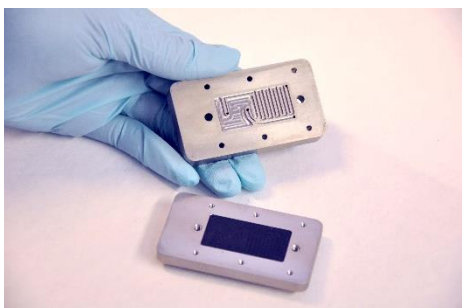
1. Per pulire la tubazione in PTFE, sciacquare abbondantemente il sistema o con un agente di pulizia o con acqua pura, in base a quale fluido campione è stato utilizzato per l'analisi.
2. Rimuovere i tubi dal Modulo di Flusso, svitando i dadi dell'HPLC.



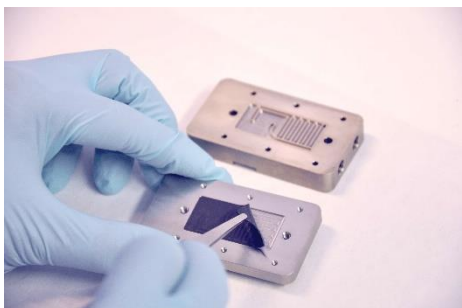
3. Aprire il Modulo di Flusso tramite le viti apposite e rimuovere il sensore.



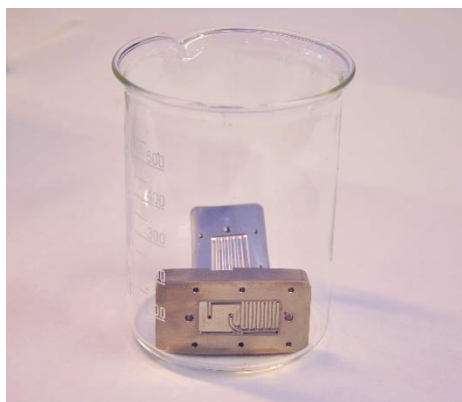
4. Svitare la parte in titanio del Modulo utilizzando un cacciavite Phillips #1



5. La catena termometrica sarà ora visibile, insieme alle sue guarnizioni di tenuta (in gomma di Viton)



6. Rimuovere la guarnizione di tenuta.



7. Porre tutte le parti elencate sopra nell'appropriata soluzione di pulizia, separando preferibilmente le guarnizioni e gli O-ring dalle parti metalliche e ponendoli in bagni differenti.

Le parti metalliche possono essere immerse in un bagno sonicatore per una pulizia profonda..

Per suggerimenti relativi ai protocolli di pulizia, fare riferimento alla documentazione "Cura dello strumento e prelavaggio del sensore"

ATTENZIONE!

La parte inferiore con le viti a pollice e i perni dell'elettrodo non dovrebbero essere smontati, immersi in qualsiasi soluzione pulente o entrare in contatto con qualsiasi liquido!

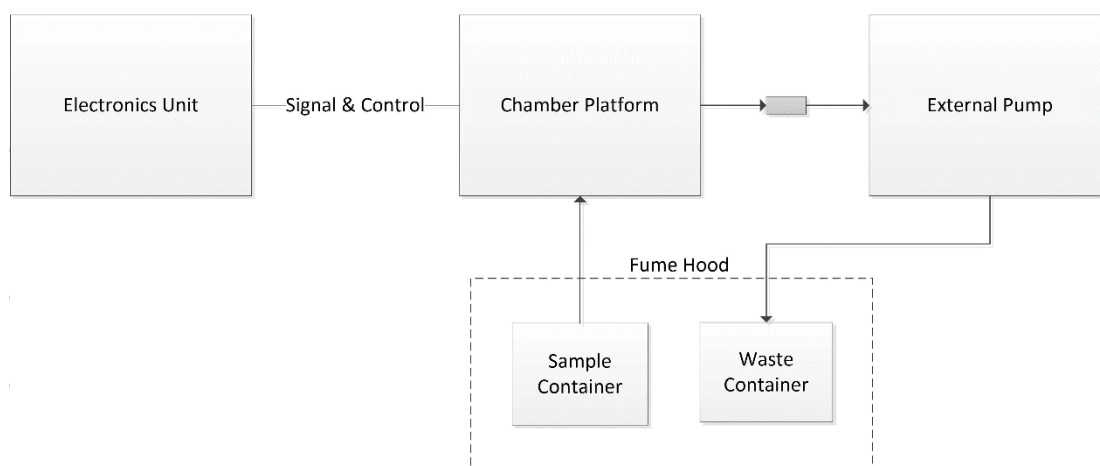
8. Sciacquare tutte le parti abbondantemente con acqua pura e asciugarle con azoto e un altro gas inerte.

Le parti in gomma Viton avranno necessità di essere sostituite di volta in volta. Per maggiori informazioni, contattare il venditore

5.7 Campioni liquidi infiammabili

icUsare campioni liquidi infiammabili richiede ulteriori precauzioni al fine di garantire sicurezza ed evitare danni allo strumento.

- Il portacampione e i vani per i rifiuti devono essere separati dalle parti elettroniche ponendo i primi sotto una cappa aspirante. La configurazione richiesta è quella illustrata nel diagramma a seguito. Ugualmente, non è consentito porre qualsiasi altro dispositivo elettrico all'interno della cappa aspirante
- La Piattaforma deve essere sollevata posizionandola in cima ad un oggetto di supporto al fine di assicurarsi che quest'ultima si posiziona più in alto rispetto al portacampioni e ai vani rifiuti.
- Le scariche elettrostatiche (esd) devono essere prevenute sia all'interno che ai lati della cappa aspirante. Contattare gli enti locali per avere maggior informazioni in merito alle pratiche di prevenzione.
- I campioni devono essere prelevati dal sistema, ovvero una pompa peristaltica esterna deve essere connessa e posizionata *dopo* la Piattaforma come illustrato nel diagramma sottostante.



5.8 Moduli Opzionali

Ci sono vari Moduli opzionali che possono essere utilizzati con lo strumento QCM-D e che ulteriori allestimenti sperimentali, condizioni e combinazioni con tecniche di misurazione complementari.

Modulo Elettrochimica QSense (QEM) (Opzionale)

Tale Modulo consente misurazioni combinate di QCM-D e di elettrochimica, ove il sensore funge sia da sensore QCM-D sia da elettrodo di lavoro per la cella elettrochimica. Tale Modulo viene descritto nel manuale utente "Modulo Elettrochimica QEM 401"



ATTENZIONE!
Il Modulo Elettrochimica resiste a temperature < 40°C.

Nota!
Il QEM NON è compatibile con la QHTC a causa del setup di messa a terra.

Nota!
Non vi è alcuna catena termometrica nel Modulo QEM.

Specifiche QEM 401	
Sensori	Compatibile con tutti i sensori QSense da 14 mm
Volume Interno	~100 µl (al di sopra del sensore)
Tipologia di Analisi	Misurazioni di liquidi a flusso o stagnanti
Materiali esposti a liquido	PTFE, viton (O-ring), elettrodi
Pulizia	Tutte le parti sono disassemblabili per la pulizia
Dimensioni	Altezza: 46 mm; Larghezza: 35 mm; Profondità: 63 mm

Elettrodi inclusi	
Elettrodo di lavoro	Il sensore stesso
Controelettrodo	Piastrina in platino
Elettrodo di riferimento	WPI, Dri-REF™, Ag/AgCl, lunghezza personalizzata

Modulo Window QSense (QWM) (Opzionale)

Il Modulo Window è stato creato per garantire studi di microscopia simultanei o studi sulle reazioni fotoindotte e QCM-D.



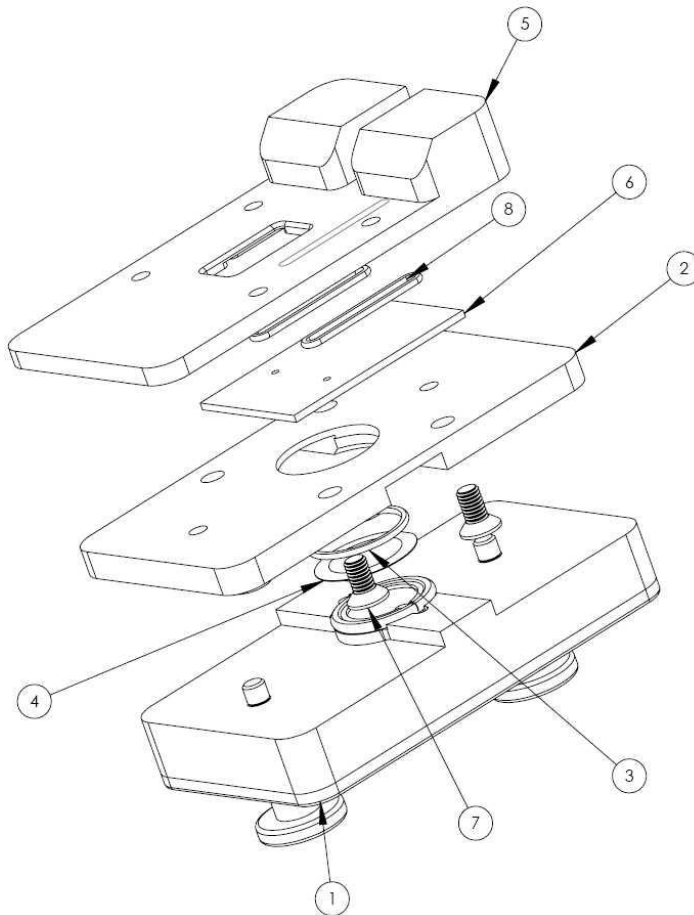
ATTENZIONE!
Il Modulo Window resiste a temperature < 80 °C.

- Tale Modulo lavora come un Modulo di Flusso standard in quanto vengono utilizzati gli stessi sensori e gli stessi collegamenti.
- Il Modulo Window viene utilizzato solo con microscopi verticali configurati per illuminazione riflettente.
- Assicurarsi che l'obiettivo in uso sia compatibile con il vetrino da 1 mm.
- Si noti che tale Modulo è privo di una catena termometrica, facendolo risultare più vulnerabile alle differenze di temperatura.
- La finestra interna al Modulo stesso è fatta in vetro zaffiro.

Specifiche QWM 401	
Sensori	Compatibile con tutti i sensori QSense da 14 mm
Volume Interno	~100 µl (al di sopra del sensore)
Tipologia di Analisi	Misurazioni di liquidi a flusso o stagnanti
Materiali esposti a liquido	Viton (O-ring), titanio, zaffiro
Distanza di lavoro	3.3 mm
Distanza da Banco a Obiettivo	35 mm
Vetro	Zaffiro
Pulizia	Tutte le parti sono disassemblabili per la pulizia
Dimensioni	Altezza: 46 mm; Larghezza: 35 mm; Profondità: 63 mm

Assemblaggio del Modulo Window

Fare attenzione a quanto segue durante l'assemblaggio del Modulo:

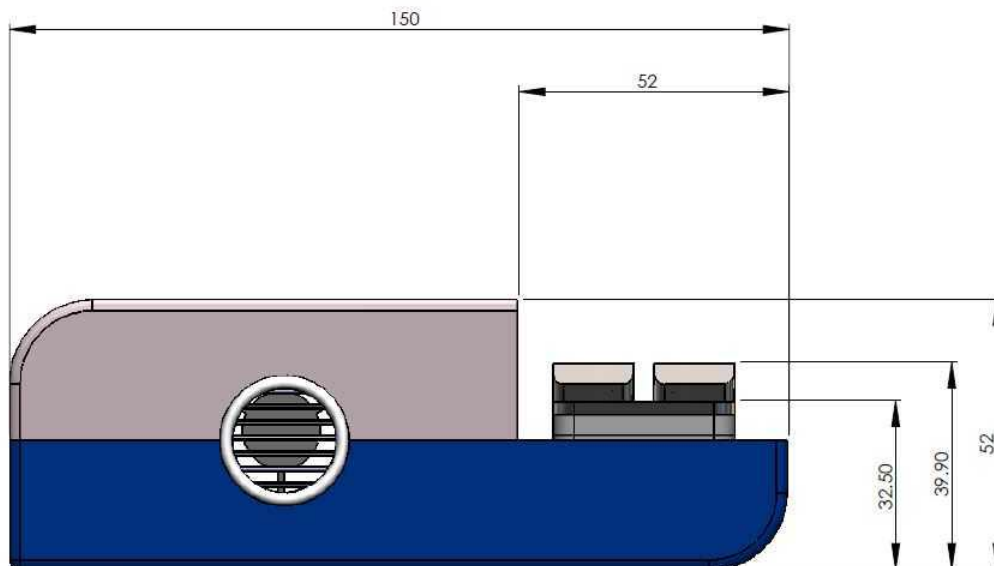


- I tre O-rings hanno dimensioni differenti rispetto a quelli del Modulo di Flusso Standard: 12x1mm (3) e (8)

- Due O-ring circondano il canale di entrata e quello di uscita (vedi immagine in basso)

- Il pezzo in vetro (6) presenta due Buchi – assicurarsi che siano compatibili con il canale di entrata e quello di uscita.

- Prestare molta attenzione quando si avvita la piastra centrale (2) a quella superiore (5). Stringerla eccessivamente potrebbe rompere il vetrino



Vista laterale della Camera con il Modulo Window installato. (dimensioni in mm)

Pulizia del Modulo Window

La parte di flusso è fatta in titanio (come anche il Modulo di Flusso Standard QFM 401), e gli o-ring standard sono fatti in Viton®; pertanto tale componentistica dovrebbe essere pulita basandosi sui protocolli standard di pulizia di QSense. La finestra può essere pulita utilizzando la soluzione pulente Hellmanex II adatta a componenti ottici o simili, vedi (www.hellma-worldwide.com).

Modulo Ellissometria QSense (QELM) (Opzionale)

Il Modulo Ellissometria consente analisi simultanee di ellissometria e QCM-D sulla medesima superficie del sensore.



ATTENZIONE!
Il Modulo Ellissometria
resiste a temperature < 80 °C.

- Tale Modulo ha due percorsi ottici per i raggi luminosi incidenti e riflessi da e per il sensore QCM-D. Questo è stato progettato per consentire analisi di flusso mantenendo il volume del campione al minimo. L'Ellissometria o altre fonti luminose non vengono fornite da Biolin Scientific. L'angolo di incidenza è 65°, eguaglia quello di riflessione.
- Il Modulo Ellissometria può essere utilizzato solamente con la Camera Explorer, dal momento che è necessario l'accesso ottico da entrambe le estremità e il design della piattaforma dell'analizzatore non lo consente.
- Il Modulo include una catena termometrica che stabilizza il campione alla temperatura impostata.
- Il raggio irradiato passa attraverso una finestra ottica planare spessa 2mm (1/4 Onda in Silice Fusa) su ogni lato del Modulo, e il liquido campione riempie l'intero interno includendo i canali dalla superficie del sensore fino alle finestre.
- Al fine di assicurare il completo rinnovamento dei campioni e per evitare di intrappolare bolle d'aria, esistono due uscite extra attraverso i canali dalla camera, oltre alle porte di entrata e uscita standard. Si notifica che è richiesta una pompa a quattro canali.
- Per maggiori informazioni circa le analisi ellissometriche delle superfici del sensore QCM-D, consultare la sezione "Manuali Utente & Guide introduttive" presente sul sito.

Specifiche QELM 401	
Sensori	Qsx 301 (oro) e Qsx 335 (SiO ₂ con strato di adesione spesso in titanio). Altri sensori Qsx possono essere utilizzati ma si potrebbero trovare delle difficoltà a caratterizzarli otticamente.
Volume Interno	100 µl (al di sopra del sensore)
Tipologia di Analisi	Misurazioni di liquidi a flusso o stagnanti
Requisiti della Pompa	Pompa a 3 o più canali, es. Ismatec IPC N4
Materiali esposti a liquido	Viton (O-rings), PTFE, fused silica and titanium
Pulizia	Tutte le parti sono disassemblabili per la pulizia
Angolo di incidenza	65 gradi
Vetro	Diametro 5 mm; spessore 2 mm
Dimensioni	Altezza: 44 mm; Larghezza: 53 mm; Profondità: 63 mm
Dimensioni della camera Explorer	Vedere i disegni a seguito

Uso del Modulo di Ellissometria

Come per il Modulo di Flusso standard QFM 401, preparare un'analisi include:

- Pulire i percorsi di flusso e il sensore (vedere la sezione sui suggerimenti circa la pulizia)
- Assicurarsi che l'o-ring da 12x1 mm rimanga disteso sotto il sensore
- Inserire il sensore e chiudere il Modulo



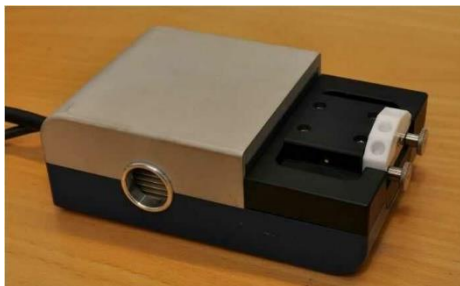
Modulo Ellissometria pronto per il montaggio del sensore.

Non è necessario un ulteriore disassemblaggio del Modulo di Ellissometria tra le misurazioni

Durante l'analisi, il coperchio isolante potrebbe essere utilizzato al di sopra del Modulo stesso al fine di aiutare la stabilizzazione della temperatura di lavoro.



Modulo Ellissometria e coperchio isolante pronti per l'installazione.



Modulo Ellissometria montato con al di sopra il coperchio isolante.

Nota!

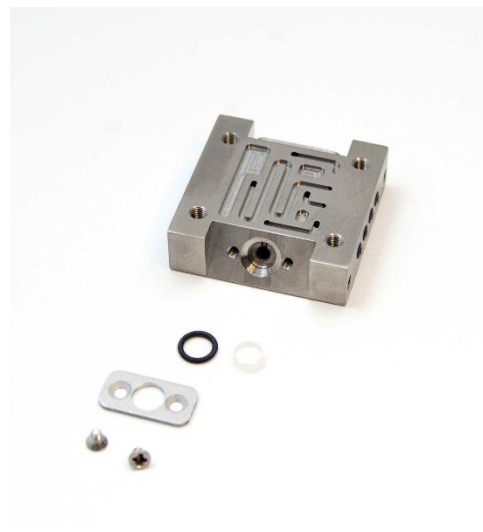
Alla connessione delle tre porte di uscita ai cassettei paralleli posti sulla pompa peristaltica, ricordare che la portata all'interno del Modulo è 3 volte il valore impostato sulla pompa!

Assemblaggio del Modulo Ellissometria

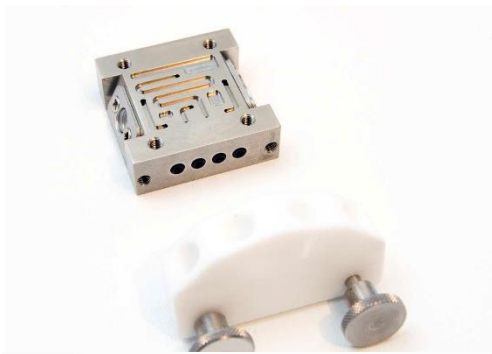
Per una pulizia profonda tra le analisi e per la manutenzione, il Modulo può essere disassemblato completamente:



- Modulo base con collegamenti all'elettrodo.
- Coperchio Isolante
- Guarnizioni di tenuta in Viton®
- Finestra con vetro ottico con support e 2 O-ring
- Parti in Titanio
- Piastra Distanziante
- Manicotto per tubo in PTFE



Parti del flusso in titanio con la finestra rimossa: durante il montaggio del vetrino, l'O-ring dovrebbe essere posizionato sul bordo di quest'ultimo e, in seguito posto all'interno di un alloggiamento a forma conica sulla parte di flusso in titanio, affinché il vetro si appoggi sul titanio.



Ci sono una porta d'ingresso e 3 porte d'uscita sulla parte in titanio. La porta d'entrata corrispondente sul manicotto in PTFE è marcata con una tacca.

I quattro piccoli O-ring che fanno da guarnizione fra la parte di flusso e il manicotto in PTFE possono essere rimossi per la pulizia se necessario.



Durante l'assemblaggio del Modulo, inserire la guarnizione in Viton ® nelle aperture interne al coperchio isolante nero e in seguito posizionare la parte del flusso in titanio. Mentre si premono le tre parti insieme, capovolgere il coperchio e avvitare le quattro viti. Stringere le viti in modo alternato in modo che le estremità del coperchio si distendano sulla parte in titanio.



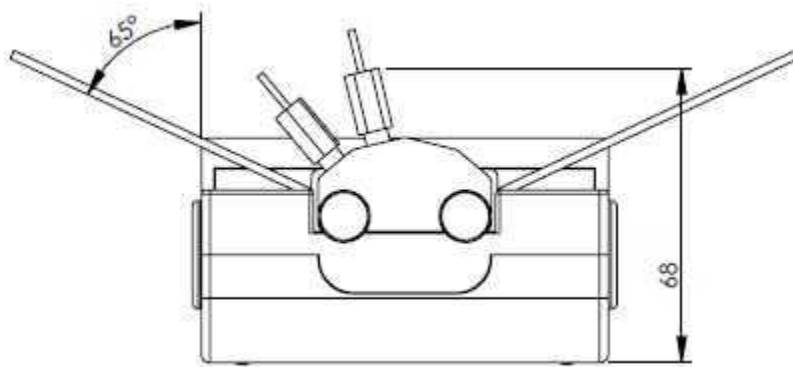
Assicurarsi che l'O-ring 14x1 sia posizionato sulla parte inferiore delle parti di flusso in titanio. A seguito, avvitare la parte in titanio ed il coperchio isolante sul piatto distanziante con 4 viti.

Nota!
L'indicatore di direzione a forma di ancora posto sul sensore dovrebbe puntare con il fondo verso le porte di entrata e uscita poste al centro della parte in titanio.

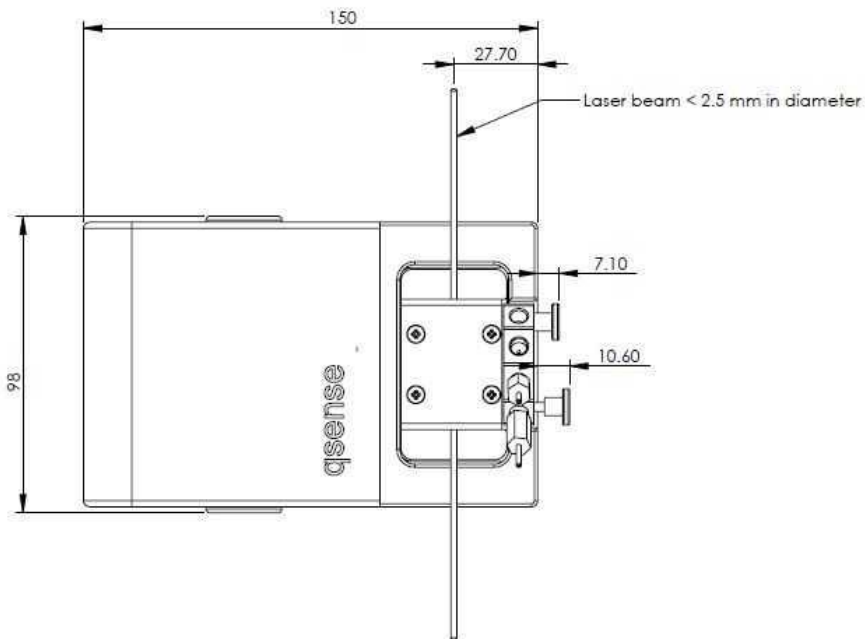


Parte del Modulo di Flusso assemblata.

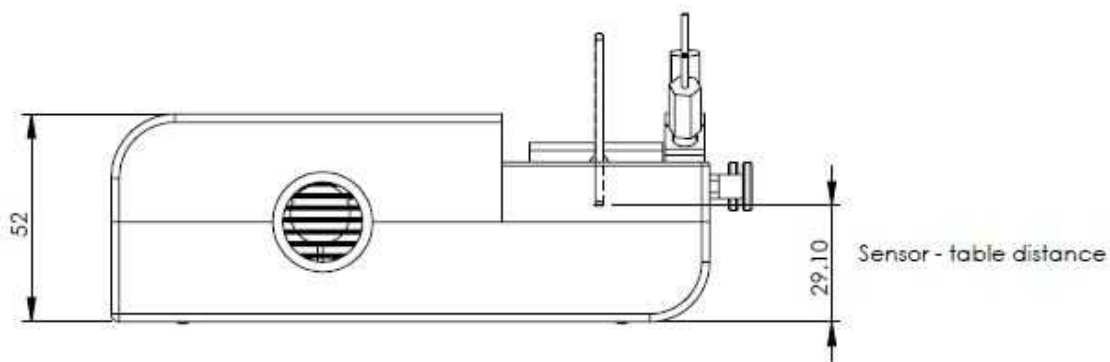
Nota!
 Durante l'assemblaggio dei raccordi della tubazione in PTFE, non avvitare i dadi in maniera eccessiva poiché il PTFE è un materiale morbido! È necessaria solamente una pressione leggera per permettere agli o-ring di sigillare propriamente il materiale. Quando si percepisce della resistenza nella vita, stringerla di circa 1/4 di giro.



Parte frontale della camera Explorer con Modulo Ellissometria montato (dimensione in mm). L'angolo indicato è relative al raggio laser.



Vista dall'alto della camera Explorer con il Modulo Ellissometria montato. (dimensioni in mm)



Vista laterale della Camera Explorer con il Modulo Ellissometria montato (dimensioni in mm)

Pulizia del Modulo Ellissometria

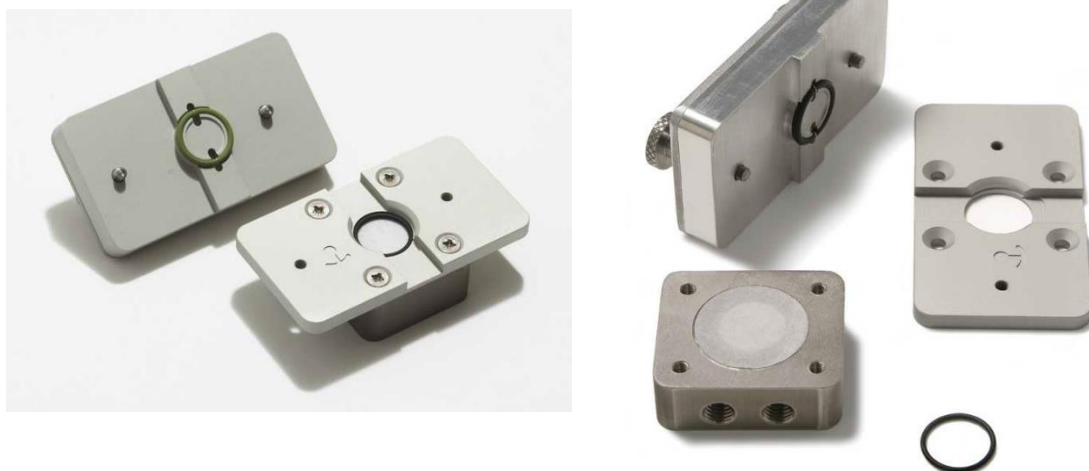
Fare riferimento ai suggerimenti di pulizia standard in quanto il Modulo Ellissometria è composto da materiali standard (quali titanio e PTFE per la parte del flusso e Viton® per gli o-ring e le guarnizioni) Le finestre sono composte da vetro di silice fusa.

QSense Modulo Umidità (QHM) (Opzionale)

Il Modulo Umidità ha un percorso di flusso breve al di sopra di una membrana in GORE® intercambiabile, che permette di effettuare analisi ad umidità controllata. Usando differenti soluzioni sature di sale al di sopra della membrana, l'umidità relativa sopra il sensore potrebbe risultare alterata.

ATTENZIONE!

Il Modulo Umidità resiste a temperature < 70 °C



Sinistra: il Modulo Umidità assemblato con la membrana visibile al di sotto dell'alloggiamento del sensore.
Destra: parti incluse, con membrana GORE® montata.

Durante l'uso del Modulo, ricordare quanto segue:

- Il liquido campione deve essere spinto, invece che prelevato, in quanto la membrana potrebbe, altrimenti, permettere l'aspirazione dell'aria all'interno del sistema.
- Si suggerisce di non usare portate superiori a circa 100 µl/min al fine di evitare di creare troppa pressione sul filtro.
- Il rischio di corrosione aumenta quando si lavora con soluzioni con sale concentrato. La pulizia del Modulo risulta essere fondamentale.
- Non utilizzare tensoattivi per la pulizia del Modulo in quanto si rovinerebbe la membrana. Utilizzare solo acqua pura per sciacquare il percorso di flusso.
- Nella configurazione standard, il liquido risulta essere in contatto con la parte in titanio, la membrana in GORE® e le parti in Viton.

Specifiche QFM 401	
Sensori	Compatibile con tutti i sensori QSense da 14 mm
Volume Interno	100 µl tra il sensore e la membrana, 120 µl Dall'entrata all'uscita(al di sopra della membrana)
Tipologia di Analisi	Assorbimento/Desorbimento del Vapore
Materiali esposti a liquido	Viton (O-ring), titanio e GORE® per la membrana
Pulizia	Tutte le parti sono disassemblabili per la pulizia
Dimensioni	Altezza: 35 mm; Larghezza: 35 mm; Profondità: 63 mm

Umidità relativa prospettata per i Sali

A seguito si trova una lista di valore circa l'umidità relativa per alcune soluzioni saline standard alla temperatura di 25°C. Utilizzando tali soluzioni sature standard, è possibile creare una serie di valori di umidità da utilizzare con il Modulo Umidità.

Sale	RH (%)	St. Dev.
CsF	3,39	0,94
LiBr	6,37	0,52
ZnBr ₂	7,75	0,39
KOH	8,23	0,72
NaOH	8,24	2,1
LiCl	11,3	0,27
CaBr ₂	16,5	0,2
LiI	17,56	0,13
CH ₃ COOK	22,51	0,32
KF	30,85	1,3
MgCl ₂	32,78	0,16
NaI	38,17	0,5
K ₂ CO ₃	43,16	0,39
Mg(NO ₃) ₂	52,89	0,22
NaBr	57,57	0,4
CoCl ₂	64,92	3,5
KI	68,86	0,24
SrCl ₂	70,85	0,04
NaNO ₃	74,25	0,32
NaCl	75,29	0,12
NH ₄ Cl	78,57	0,4
KBr	80,89	0,21
(NH ₄) ₂ SO ₄	80,99	0,28
KCl	84,34	0,26
Sr(NO ₃) ₂	85,06	0,38
KNO ₃	93,58	0,55
K ₂ SO ₄	97,3	0,45
K ₂ CrO ₄	97,88	0,49

Riferimento: *Humidity Fixed Points of Binary Saturated Aqueous Solutions*, Lewis Greenspan, Journal of Research of the National Bureau of Standards - A. Physics, and Chemistry Vol. 81A, No 1, January-February 1977.

Modulo Aperto QSense (QOM) (Opzionale)

Il Modulo Aperto non include canali di flusso o collegamenti. È progettato per minimizzare i volumi campione e, a seconda della superficie e delle proprietà del liquido, tali volumi possono essere a partire da 10 a 50 µl, fino a pochi ml. Quando si utilizza, è necessario ricordare l'importanza del coperchio al fine di ridurre le interferenze ambientali in quanto il sensore è molto vulnerabile in questa installazione libera. I campioni vengono direttamente depositati sul sensore tramite l'utilizzo di un pipette.

Nota!

Il pipettaggio e la rimozione dei liquidi dal Modulo potrebbero influenzare i segnali f e D. Ciò è causato dagli effetti della pressione, cambiamenti di densità e viscosità, dalle differenti quantità di liquido che attenuano l'oscillazione a diversi gradi. Questo si considera normale e può essere minimizzato pipettando delicatamente del liquido verso il margine del sensore e rimuovendolo allo stesso modo.

Nota!

Il Modulo Aperto non ha una stabilizzazione della temperatura del campione prima che quest'ultimo raggiunga il sensore. Ciò significa che f e D necessitano del tempo (la quantità dipende dalla differenza di temperatura che esiste tra la camera e il campione) per stabilizzarsi dopo l'iniezione del campione stesso.

ATTENZIONE!

Il Modulo Aperto resiste a temperature < 110 °C.



Nota!

Quando avviene il montaggio del Modulo Aperto sulla piattaforma, assicurarsi che i perni dell'elettrodo siano posizionato al di sopra dei pad di connessione posti quest'ultima; poiché non esistono porte per i tubi in tale Modulo, potrebbe essere posizionato ruotato erroneamente di 180°C

Specifiche QOM 401	
Sensori	Compatibile con tutti i sensori QSense da 14 mm
Volume del campione	Applicazione dipendente dall'umidificazione della superficie, Il range tipico 10-300 µl
Tipologia di Analisi	Misurazioni di liquidi stagnanti
Materiali esposti a liquido	Viton (O-ring) e PTFE
Pulizia	Tutte le parti sono disassemblabili per la pulizia
Dimensioni	Altezza: 34 mm; Larghezza: 35 mm; Profondità: 63 mm
Dimensioni sulla Camera Explorer	Contattare il rivenditore

Modulo PTFE QSense (QTM) (Opzionale)

Il Modulo PTFE è simile al Modulo di Flusso Standard, ma il percorso dei liquidi è totalmente in PTFE invece che in titanio. Tale Modulo è ideale per analisi ove il campione potrebbe interagire, per esempio, con il titanio.

ATTENZIONE!
Il Modulo PTFE resiste a temperature < 110 °C.



Nota!
Non è presente alcuna catena termometrica nel Modulo PTFE

Per performance ottimale, avviare un'analisi a temperatura pressoché ambientale o posizionare l'intera camera in un ambiente a temperatura controllata. Consentire l'equilibratura per circa 45 minuti dopo il montaggio del sensore. Evitare di apportare cambiamenti durante l'esperimento, quali differenti portate e temperature.

Specifiche QTM 401	
Sensori	Compatibile con tutti i sensori QSense da 14 mm
Volume Interno	100 µl (al di sopra del sensore)
Tipologia di Analisi	Misurazioni di liquidi a flusso o stagnanti *
Materiali esposti a liquido	Viton (O-ring) e PTFE
Pulizia	Tutte le parti sono disassemblabili per la pulizia
Dimensioni	Altezza: 37 mm; Larghezza: 35 mm; Profondità: 63 mm

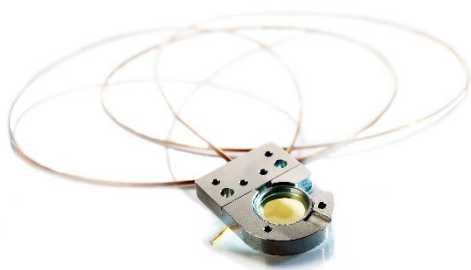
* Si noti che il design del Modulo di Flusso nel QTM 401 è differente rispetto a quello del QFM 401

Supporto ALD QSense (QVH) (Opzionale)

Il Supporto ALD (Atomic Layer Deposition) è progettato per consentire le analisi QCM-D in fase gassosa e di vuoto. Tale Supporto è aperto da entrambi i lati del sensore al fine di prevenire cambiamenti disomogenei di pressione sulle due facce del sensore; quindi permettere analisi sia in condizioni di alta che di bassa pressione ambientale. I cavi vengono forniti al fine di connettere il Supporto ALD alla camera di analisi. Attraverso due canali separate, il segnale di misurazione viene trasferito, attraverso la parete della camera, all'unità elettronica QCM-D.

ATTENZIONE!

Il Supporto ALD resiste a temperature < 250 °C.



Nota!

Il Cliente necessita di Installazione e Adeguamento.

Specifiche QVH 401	
Sensori	Compatibile con tutti i sensori QSense da 14 mm
Tipologia di Analisi	Misurazioni di gas in, camere a vuoto e ad altra pressione
Materiali esposti a gas	Acciaio inox, macor, alluminio, kapton
Temperatura massima	250 °C
Dimensioni	Altezza: 5 mm; Larghezza: 24 mm; Profondità: 32 mm
Altro	Il Cliente necessita di Installazione e Adeguamento

QSense Modulo Window Elettrochimica (QWEM) (Opzionale)

Il Modulo Window Elettrochimica è un Modulo Window modificato che consente anche analisi di elettrochimica simultanee. Sul vetro del Modulo Window, viene posizionato un elettrodo ad anello di platino il quale funge da controelettrodo (CE). L'elettrodo superiore di un sensore ordinario funge da elettrodo di lavoro (WE). L'elettrodo di riferimento (RE) viene posizionato nel percorso di flusso di uscita. La finestra, formata da un vetrino da microscopio in vetro zaffiro spesso 1 mm, consente l'accesso ottico al WE.

ATTENZIONE!

Il Modulo Window Elettrochimica resiste a temperature < 40 °C.



Nota!

Il Modulo Window Elettrochimica NON è compatibile con la QHTC a causa della configurazione della messa a terra

Nota!

Non esiste alcuna catena termometrica nel Modulo QWEM

Specifiche QWEM 401	
Sensori	Compatibile con tutti i sensori QSense da 14 mm
Volume Interno	~100 µl (al di sopra del sensore)
Tipologia di Analisi	Misurazioni di liquidi a flusso o stagnanti
Vetro	Zaffiro
Materiali esposti a liquido	Titanio, Zaffiro, platino, Viton (O-ring) e Elettrodo di riferimento
Distanza di lavoro	3.3 mm
Distanza di lavoro da banco a obiettivo	35 mm
Pulizia	Tutte le parti sono disassemblabili per la pulizia
Dimensioni	Altezza: 32 mm; Larghezza: 35 mm; Profondità: 63 mm

6 Risoluzione Problemi

Per ulteriori suggerimenti sulla risoluzione dei problemi consultare le FAQ sul sito internet. website (www.biolinscientific.com/q-sense)

6.1 Prima dell'Analisi

Lo strumento non si accende:

1. Controllare che il cavo di alimentazione sia collegato.
2. Controllare che la tensione nominale presente sul pannello posto sul pannello restostante lo strumento sia propriamente impostato per le condizioni di Voltaggio presenti in laboratorio. In caso non corrispondesse, rimuovere il portafusibili rilasciando la clip di fissaggio posta al centro del Filtro rete e prelevarlo. Estrarre il selettore di tensione grigio e ruotarlo fino a che non mostrerà il Voltaggio desiderato attraverso la finestrella. Controllare che il fusibile non sia bruciato. In caso lo sia, inserire una T800 mA for 220/230-240 V o un T1.6 AL for 115-120 V come mostrato qui di seguito. Premere quindi portafusibili fino a che la clip di fissaggio non risulta inserita.



Finestrella di dimostrazione del Voltaggio



Porta Fusibili

3. Assicurarsi che quando si preme il pulsante on/off, quest'ultimo si illumine con una luce verde e che questa rimanga accesa.

Non è presente alcuna connessione con lo strumento:

1. Controllare che il cavo USB sia collegato al PC e allo strumento. Il QSoft mostrerà il messaggio "trying to establish connection with instrument..." sulla barra di stato inferiore quando viene avviato ma dovrebbe mostrare informazioni sul controllo della temperatura quando connesso.
2. Controllare che l'hardware "QSense E-Series Device" sia trovato e installato sul PC. Se così non fosse, aprire il file di installazione nella directory C: sotto Program Files(x86)/QSense/QSoft401. Seguire le istruzioni (vedi anche la sez. "Installazione Software"). Il Software dovrebbe essere

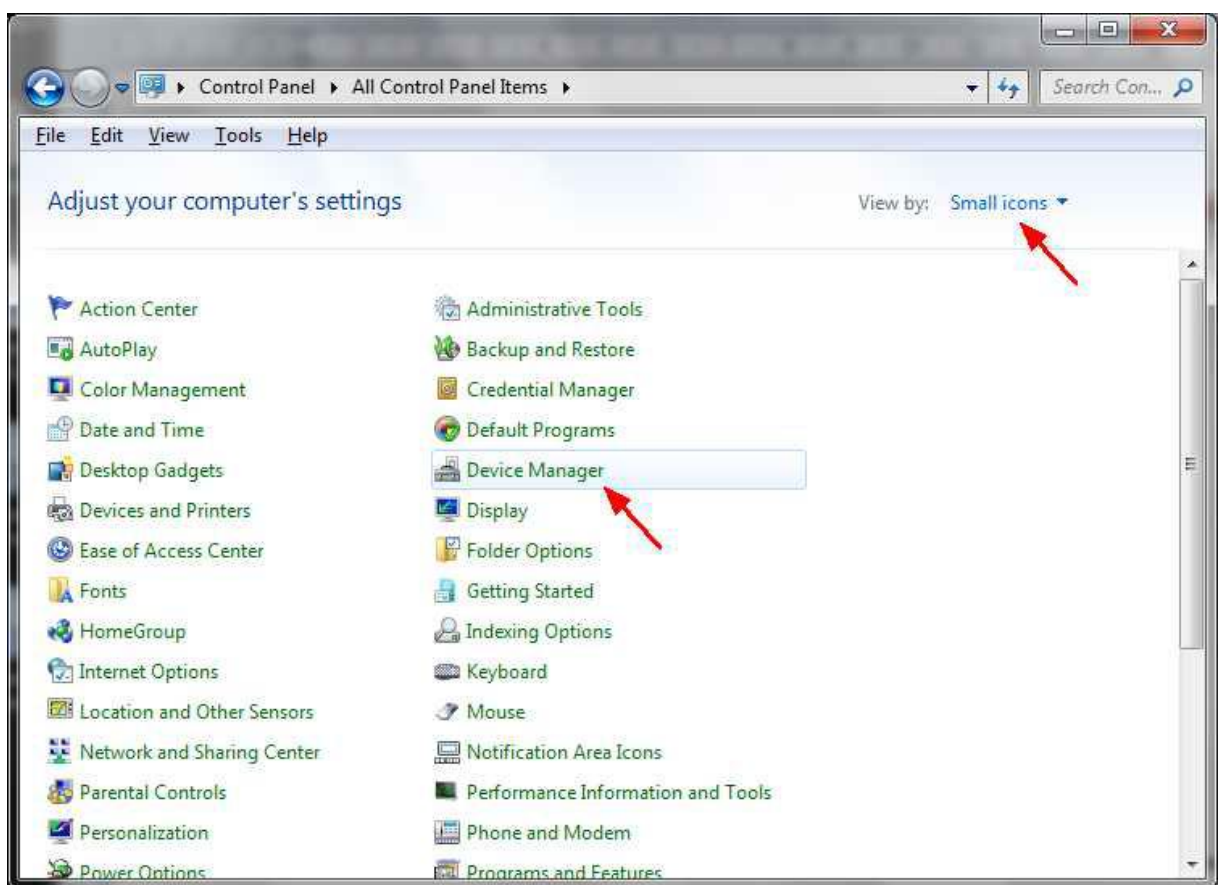
installato prima che lo strumento venga avviato per la prima volta.

L'installazione del driver non va a buon fine:

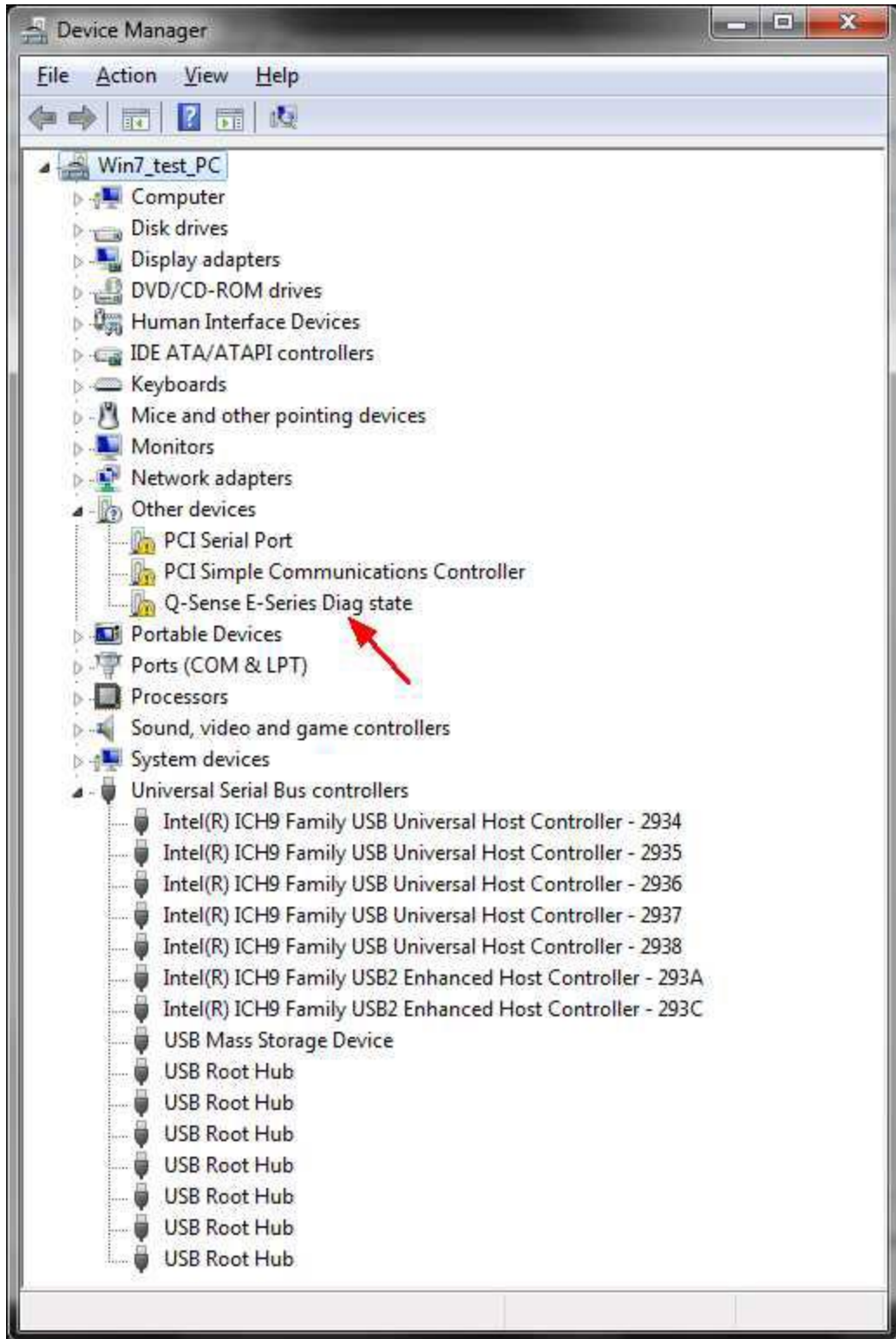
Windows 7 non, nelle sue impostazioni predefinite, avvierà automaticamente "Found New Hardware Wizard" quando lo strumento viene connesso alla porta USB (e lo strumento è acceso); quest'ultimo, invece, proverà a installare un hardware proveniente dal suo database. Dal momento che tale database non conterrà il driver corretto, Windows 7 metterà il sistema in stato di Errore e mostrerà il seguente pop-up nella barra delle applicazioni.



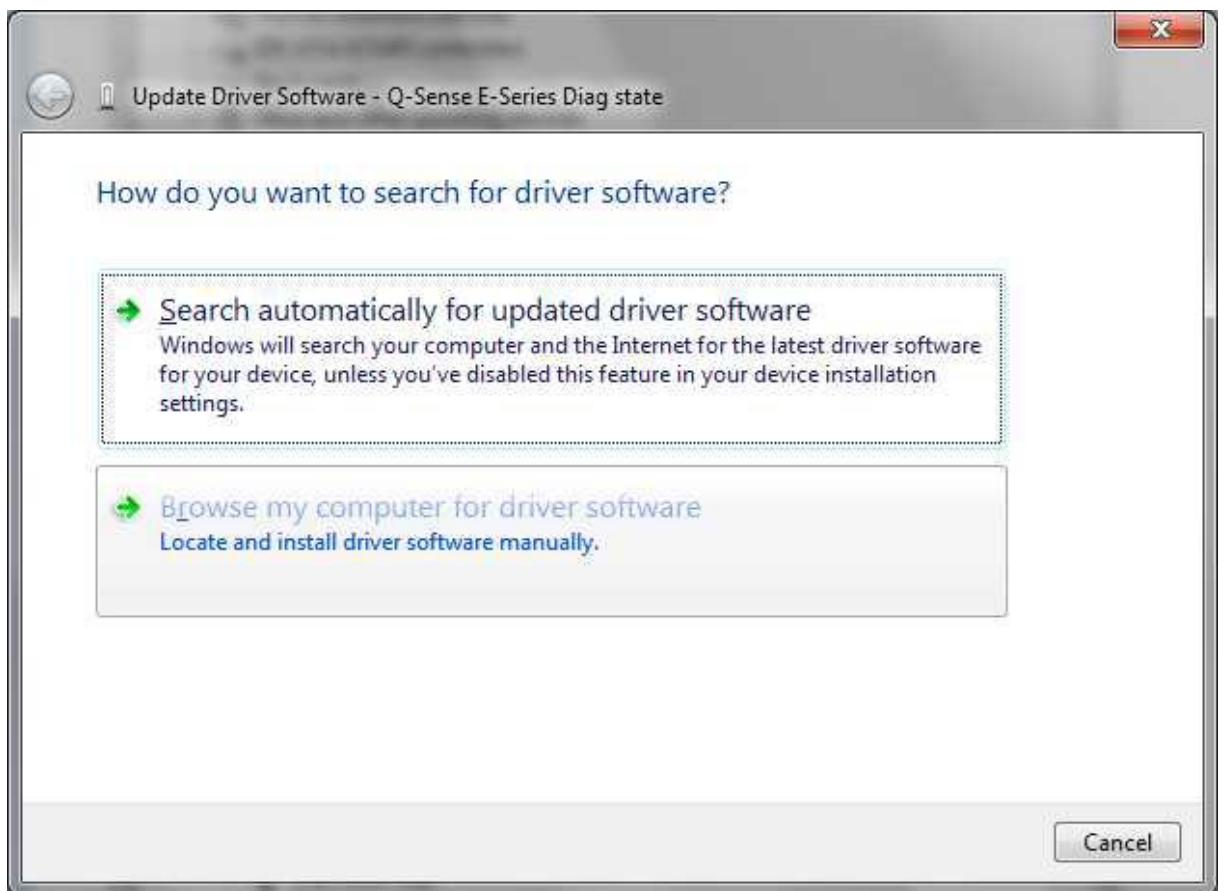
1. È necessario consultare il Device Manager per installare correttamente il driver. Quest'ultimo si trova nel Pannello di Controllo, facilmente individuabile cliccando sul pulsante Start. Il Pannello di Controllo si può visualizzare o come Categoria o come Icone. Scegliere la visualizzazione Small or Large Icons come indicato nella figura a seguito.



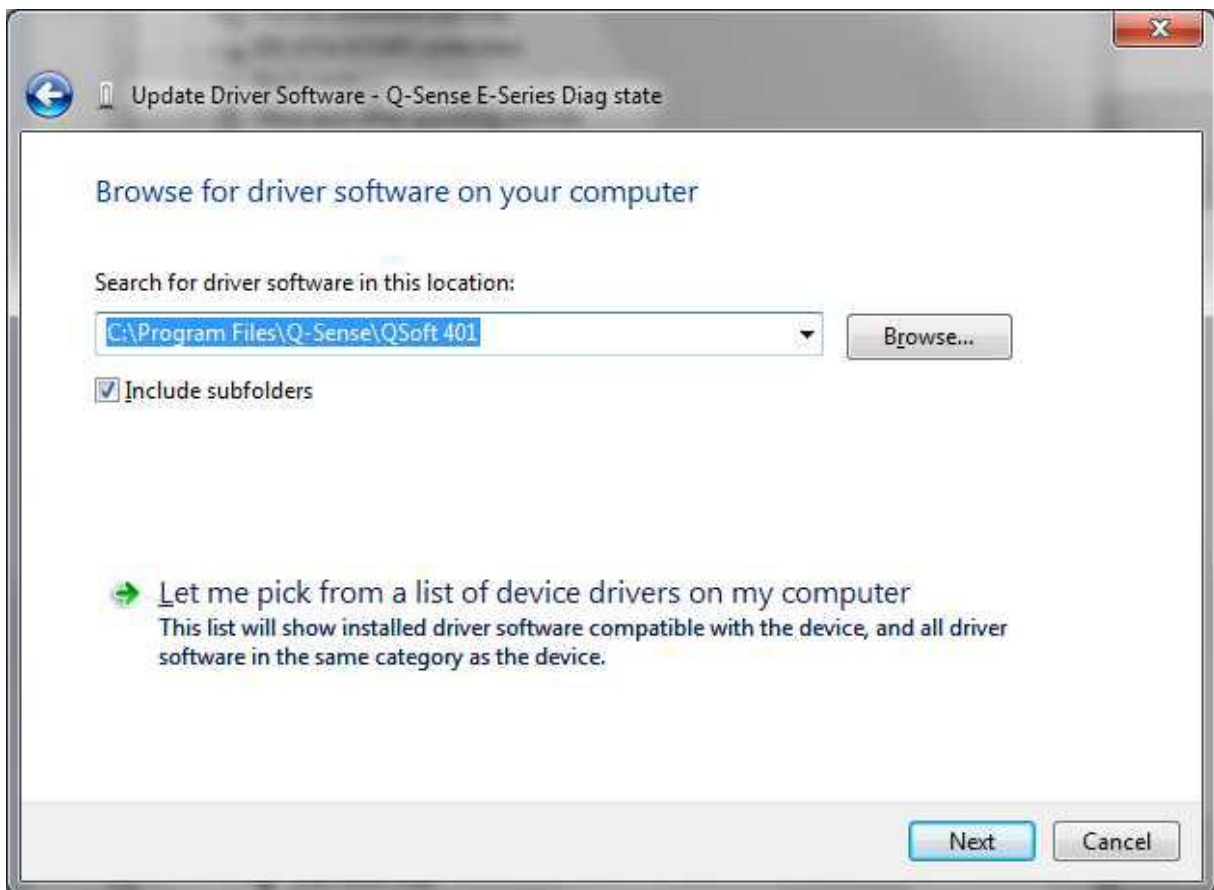
2. Il Device Manager apparirà nel seguente modo:



3. Cliccare con il tasto destro del mouse sull'icona Q-Sense E-Series Diag e scegliere Update Driver Software....



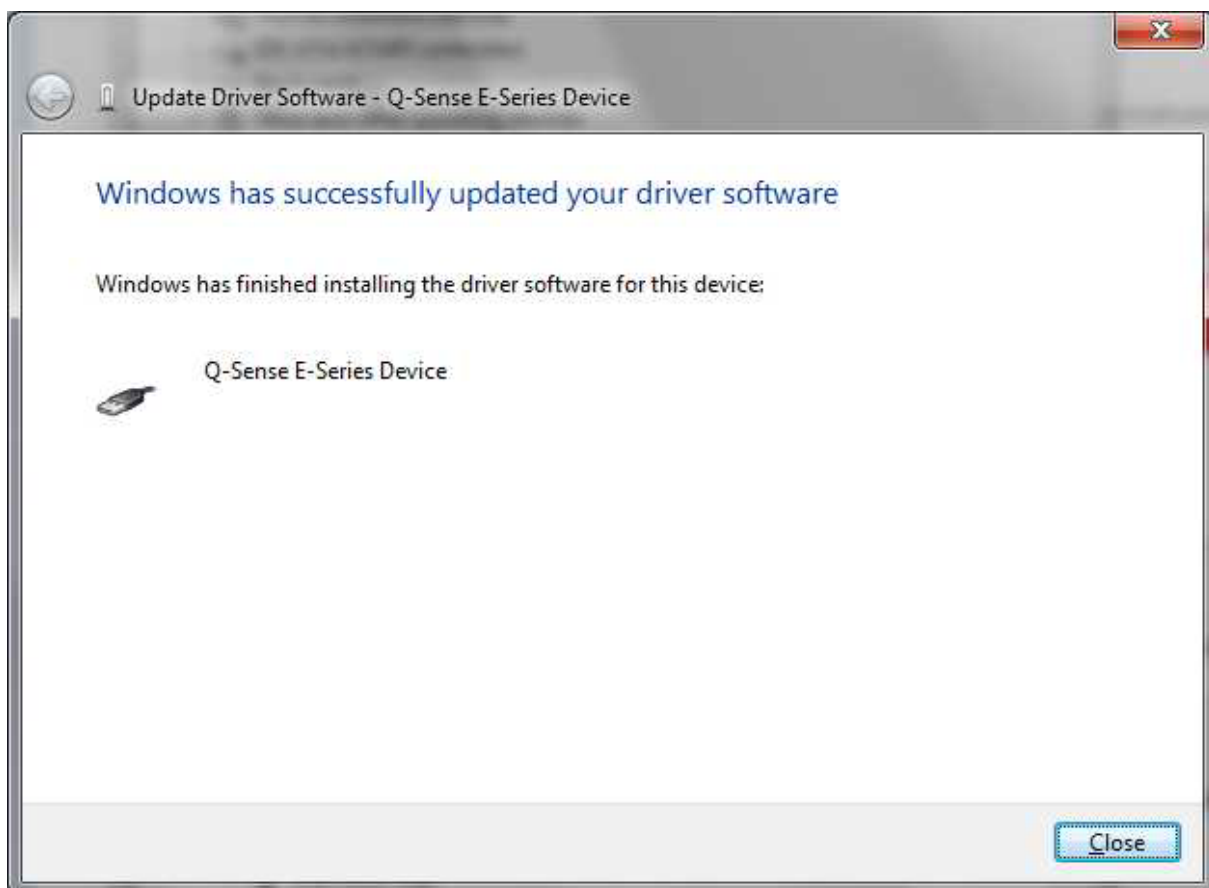
4. Nel pannello visualizzabile qui sopra scegliere Browse my computer for driver software.



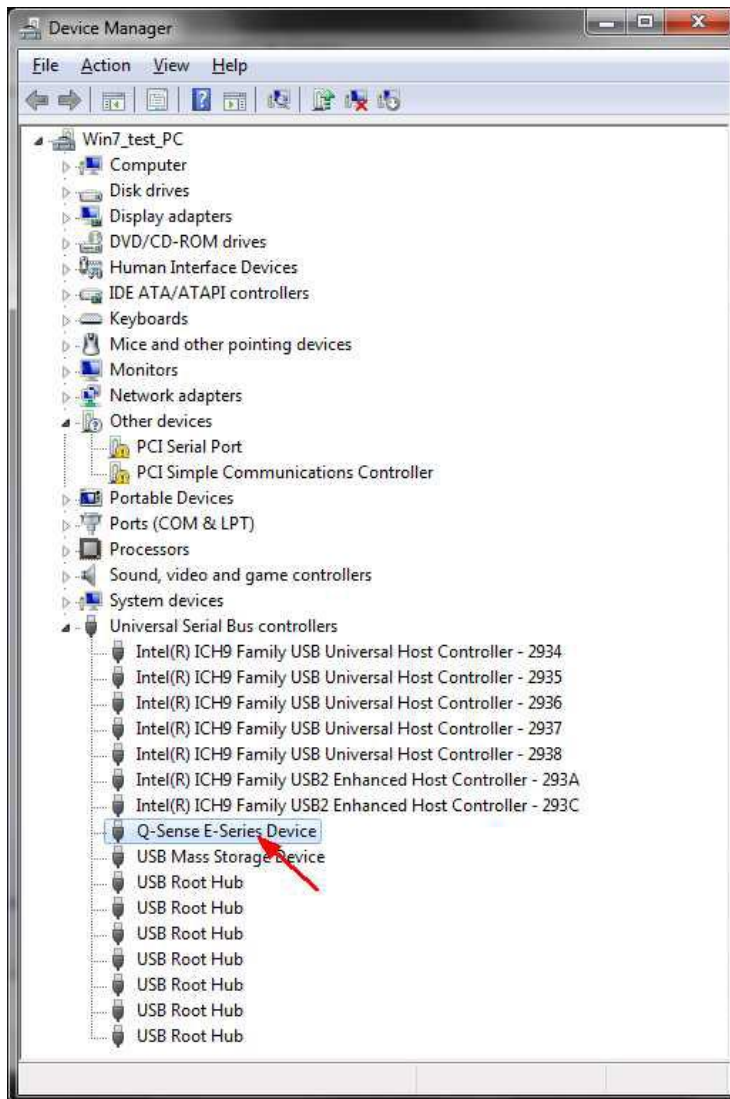
5. Cliccare su Browse.. e accedere alla cartella di installazione the QSoft401 (come indicato qui sopra). A seguito cliccare su Next.



6. Windows avviserà che il software non è firmato digitalmente – scegliere "Install this driver software anyway" quando richiesto.

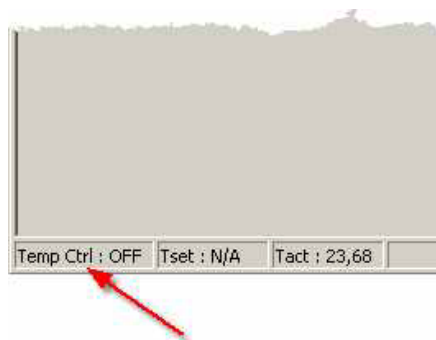


7. Cliccare su Close. La finestra del Device Manager dovrebbe ora mostrare il Q-Sense E-Series Device come indicato qui sotto.



8. Il sistema operativo riconoscerà il Q-Sense E-series device. (Se si collega l'unità elettronica a una differente porta USB sul PC, potrebbe però risultare necessario effettuare nuovamente il medesimo processo)

9. Come prova finale, l'installazione corretta dello strumento e del software permetterà l'accensione del regolatore di temperature, il quale si trova nell'angolo in basso a sinistra della finestra principale:



6.2 Avvio di un'analisi

Non si individua alcun picco di risonanza

1. Controllare che la parte posteriore del sensore sia asciutta, in caso contrario potrebbe essere avvenuto un corto circuito. Se il liquido si è spinto fino alla parte posteriore del sensore, assicurarsi che quest'ultimo sia completamente asciutto prima di rimontare nuovamente il sensore e di tentare di trovare nuovamente il picco di risonanza. È importante rimuovere tutta l'acqua o tutto il solvente dal percorso di flusso quando si procede alla rimozione e al rialloggiamento del sensore. Altrimenti, se la tubazione si trova immersa nel campione durante il rialloggiamento del sensore stesso, potrebbe succedere che l'azione capillare richiami nuovamente il liquido nel retro del sensore e sarà necessario ripetere il processo. Ciò accade più frequentemente con solventi organici che hanno minore tensione superficiale rispetto all'acqua. Inoltre, col passare del tempo, gli O-ring potrebbero perdere compressibilità e ciò potrebbe risultare un problema poiché la guarnizione tra il sensore e l'O-ring potrebbe risultare meno aderente.
2. Le impostazioni per comandare il sensore potrebbero dover essere regolate se la frequenza di risonanza si colloca al di fuori del range di ricerca specificato nelle impostazioni. Deselezionare "Automatically optimize all resonances" nella finestra "Find resonances" e ampliare il range di frequenza sotto "Individual resonance settings" fino a quando il picco di risonanza risulterà visibile.
3. La risonanza del sensore potrebbe risultare troppo attenuata. L'attenuazione può diventare troppo alta se il mezzo in cui viene immerso il sensore è troppo viscoso o ha densità troppo alta. Un film legato al sensore può causare anche una forte attenuazione e di conseguenza determinati difetti nel sensore. In questo caso, il picco di risonanza nella tabella di scansione risultata minore e può risultare arduo distinguerlo dal rumore di fondo.
 - a) Verificare che il sensore sia installato correttamente e/o non sia rotto
 - b) Controllare se può essere individuato un valore relativo alla frequenza con un altro sensore pulito o con meno carico sul sensore.

La frequenza della risonanza viene individuata ma, poco dopo l'avvio dell'acquisizione dei dati, la frequenza viene nuovamente persa con conseguente messaggio di errore "Warning bad fitting of the decay curve".

1. Il caricamento del sensore potrebbe cambiare rapidamente così che i cambiamenti in frequenza e dissipazione non riescono ad essere tracciati dal programma. Possibili soluzioni:
 - a) Incremento della velocità dell'acquisizione dei dati. La velocità ottimale si ottiene cambiando le impostazioni sotto "Resonance optimization" nella finestra "Find resonances". Muovere il perno verso "High speed".
 - b) Assicurarsi che i cambiamenti ambientali esterni non influenzino l'analisi (specialmente se si sta effettuando l'analisi all'aria aperta)

2. Potrebbero essere caricato in maniera consistente durante l'acquisizione dei dati e, al contempo, non essere più comandato dal momento che l'attenuazione risulta troppo alta. Soluzione: In alcuni casi il sensore potrebbe essere costretto a oscillare ottimizzando le impostazioni per l'acquisizione. Controllare, ad esempio, gli effetti del cambiamento "Drive amplitude" nella sezione "Individual resonance settings".

3. Utilizzare un sensore con un carico minore.

I valori D sono fuori dai valori specificati

1. Se un'armonia ha un valore D elevato, è un'indicazione di un cattivo picco di risonanza. Controllare che il picco di risonanza non risulti scissor (composto da 2 picchi). Non vi è alcun rischio di dati di analisi incorretti, ma l'armonia potrebbe dare un rumore maggiore rispetto al normale, dal momento che il programma non ha un chiaro picco da seguire.

2. Se tutti i valori D risultano alti: controllare che gli O-ring abbiano le dimensioni corrette (1.6 mm di spessore per il Modulo di Flusso Standard, 1 mm per il Modulo Window), o se il sensore non giace orizzontalmente sull'O-ring

6.3 Durante un'analisi

Le analisi mostrano un rumore eccessivo

1. Controllare che il sensore sia montato correttamente con l'elettrodo a forma di freccia verso il marchio posto sul supporto del sensore. Vedi la sezione "Montaggio del Sensore" nel Capitolo "Funzionamento". Se il sensore è montato nella direzione errata, la messa a terra degli elettrodi non risulterà ottimale, e le disturbanti correnti di fuoriuscita potrebbero interferire con l'analisi.
2. Se il sensore presenta graffi o danneggiamenti alla superficie, ciò potrebbe dare luogo a picchi di risonanza spuri e indesiderati, visibile accanto al reale picco di risonanza. Se tali picchi presentano la stessa ampiezza del picco di risonanza reale, lo strumento sta erroneamente seguendo tali picchi e provocare rumore elevato.
3. Un sensore caricato con un coating disomogeneo o un coating con un alta ruvidezza potrebbe generare picchi di risonanza spuri e, di conseguenza, un elevato rumore.
4. Verificare la presenza di bolle, o, se si misura in aria, residuo liquido sul sensore o nel Modulo di Flusso.
5. Spesso i sensori che sono stati utilizzati più volte possono iniziare a generare un elevato rumore ed anche derive. Nel caso ci si chiedesse se tale comportamento potrebbe essere causato dall'età del sensore, sostituire il sensore usato con uno nuovo e procedere all'acquisizione della linea di base in acqua pura.

La curva di dissipazione mostra valori negativi

Teoricamente, il valore assoluto di D non può essere negative. Tenere in considerazione che i delta sono spesso discussi quando si fa riferimento a D e potrebbero esserci valori ΔD negativi.

1. Per esempio se fosse presente un rivestimento preformato sul sensore prima dell'inizio dell'acquisizione dell'analisi, se in seguito il rivestimento collassa o diventa più rigido a causa di stimoli esterni (quali pH, sale, T ecc.) o se quest'ultimo viene inciso e tolto, allora il valore ΔD potrebbe essere negativo

Δ

2. f e D sono sensibili alla densità e alla viscosità della soluzione in contatto con il sensore. Ciò significa che se il liquido sfuso viene cambiato durante l'analisi, allora ΔD potrebbe essere negativo

3. In caso di un caricamento di una grande massa sul sensore (alcune centinaia di nanometri, c'è la possibilità di formare un'onda stazionaria nel rivestimento che potrebbe generare valori ΔD negativi.

Il rumore aumenta col tempo in un'analisi in corso.

1. Le proprietà del film sul sensore potrebbe essere soggette a cambiamenti tanto che le impostazioni che guidano il sensore potrebbero essere considerate non più ottimali, ossia il damping del sensore è cambiato in maniera significativa. Controllare se il rumore può essere diminuito regolando il Decay Sample Rate nella sezione "Individual resonance settings" in "Find resonances"
2. Il film sul sensore potrebbe diventare più disomogeneo col tempo. Soluzione: Accettarlo...

La frequenza di risonanza viene persa generando un messaggio di errore "Warning: bad fitting of the decay curve"

1. L'ambiente del sensore potrebbe subire cambiamenti molto velocemente, pertanto i cambiamenti in frequenza e dissipazione non possono essere tracciati sufficientemente. Soluzione: Aumentare la velocità dell'acquisizione dei dati. La velocità ottimale si ottiene cambiando le impostazioni sotto "Resonance optimization" nella sezione "Find resonances". Muovere il perno verso "High Speed".
2. Il sensore è stato caricato molto durante l'acquisizione dei dati e allo stesso tempo non può più essere guidato dal momento che il damping diventa troppo alto. Soluzione: in alcuni casi, il sensore può essere forzato a risonanza ottimizzando le impostazioni relative all'acquisizione. Controllare gli effetti del cambiamento in "Drive amplitude" in "Individual resonance settings".

Il segnale misurato mostra delle derive

Normalmente un sensore pulito a 5 MHz azionato a $25.00 \pm 0.01^\circ\text{C}$ dovrebbe avere delle derive $< 0.5 \text{ Hz/ora}$ ($< 1.5 \text{ Hz/ora}$) nei valori di frequenza e $< 2 \cdot 10^{-8} / \text{hour}$ ($< 2 \cdot 10^{-7} / \text{hour}$) circa i valori di dissipazione in aria (acqua) quando misurati a una frequenza armonica di 15 Mhz.

1. **Perdite.** Se si riscontra una perdita nel tubo, o il sensore non è propriamente montato (o crepato), potrebbe succedere che del liquido entri in alcuni spazi della camera di analisi ove non si dovrebbe trovare. Per esempio, se la parte posteriore del sensore viene esposta a piccole quantità di liquidi o vapori, potrebbero verificarsi grandi cambiamenti circa i valori f e D . Inoltre, se i liquidi entrano in contatto con le parti elettriche della camera di analisi, potrebbero generarsi ampie variazioni nel segnale misurato.

Soluzione: Eliminare le perdite. Verificarne la presenza montando un sensore in una camera d'analisi asciutta. Chiudere il tubo di uscita. A seguito riempire una siringa con dell'aria e collegarla ad un tubo di ingresso. Premere delicatamente per circa 30 secondi e conseguentemente rilasciare. La perdita risulta presente se la siringa non ritorna allo stato iniziale. Controllare che gli attacchi a ghiera siano stretti e che la tubazione sia tagliata a filo alle estremità.

2. **Bolle.** Le bolle di Gas si potrebbero formare sulla superficie del sensore in caso si usassero liquidi non propriamente degassati. Tali bolle influenzano sicuramente i valori di f and D . Per esempio, la solubilità dell'acqua in gas diminuisce quando avviene un aumento di temperatura. Se viene iniettata dell'acqua con una temperatura minore rispetto a quella presente nella camera di analisi, allora vi sarà un alto di rischio di formazione di bolle. Si osservi che il rischio di formazione delle bolle aumenta generalmente con la diminuzione della concentrazione del sale in una soluzione acquosa.

Soluzione: Usare solo liquidi degassati o assicurarsi che la solubilità del gas del liquido non si abbassi durante l'analisi. Le bolle possono essere rimosse collegando una siringa all'uscita e una vasca all'entrata; conseguentemente pompare liquido vigorosamente avanti e indietro con la siringa. Tuttavia, prestare attenzione a non introdurre ulteriori bolle o contaminanti.

3. **Cambiamenti di temperatura.**

a) La camera di analisi è a temperatura stabilizzata ma alcune ampie variazioni nell'ambiente potrebbero non essere compensate. I cambiamenti di temperatura muterebbero la viscosità e la densità di un liquido e, pertanto, anche i valori di f and D . Ampi cambiamenti di temperatura dell'unità elettronica potrebbero inoltre cambiare la frequenza dell'orologio di riferimento. Ciò modificherebbe direttamente la frequenza misurata (ma non la dissipazione).

Soluzione: Assicurarsi che il regolatore di temperatura sia attivo! Mantenere un

ambiente a temperatura costante intorno alla camera di analisi e all'unità elettronica.
Assicurarsi che la circolazione dell'aria sia adeguata e costante intorno a queste ultime.

Evitare di esporre le unità alla luce diretta del sole a correnti d'aria (ad esempio condizionatori d'aria)

b) A determinate temperature, le modalità di risonanza potrebbe coincidere con modalità indesiderate le quali sono molto dipendenti dalle temperature. Se si misura a tal punto, il segnale potrebbe esserne influenzato e potrebbero avvenire delle derive.

Soluzione: Cambiare la temperatura lievemente su "come loose" dalla modalità di intersezione.

4. Reazioni Superficiali. La QCM-D è progettata per misurare reazioni superficiali. Tuttavia, saltuariamente, ci sono reazioni che avvengono senza che l'operatore possa anticiparle. Per esempio, su un sensore in oro in contatto con acqua, potrebbe esserci un lento cambiamento circa il contenuto di ioni nel doppio strato di Helmholtz. Potrebbe inoltre avvenire un lento trasferimento di contaminanti dalle pareti della camera alla superficie del sensore; oppure potrebbe esserci un lento desorbimento, una lenta degradazione o un riassetto della superficie del sensore. Non è ulteriormente raro che un sensore con un rivestimento polimerico assorba o desorba solventi o acqua che cambierà la massa misurata. Queste tipologie di "derive" spesso inducono ampi cambiamenti nel valore f piuttosto che in D (come avviene nella maggior parte delle analisi dei film molto sottili). Le "derive" inerenti alla frequenza quindi seguono le sensibilità della massa dell'armonica, ovvero i cambiamenti relativi alla frequenza vanno come 1:3:5:7... per i fondamentali e il terzo, quinto e settimo armonio e ancora.

Soluzione: Questa non viene considerata come una deriva vera e propria in quanto è un risultato dei processi superficiali, per le cui analisi la QCM-D è stata progettata. È possibile controllare se alcuni tipi di processi superficiali sono la causa della "derive" tramite la passivazione della superficie del sensore. Tale passivazione è stata trovata negli strati lipidici, proteine o tioli che hanno significativamente ridotto queste tipologie di "derive". È anche importante pulire scrupolosamente tutte le parti della camera regolarmente e sostituire i tubi e gli o-ring.

5. Cambiamenti di pressione. Se la configurazione di analisi ha la pompa posizionata anteriormente al Modulo di Flusso e il tubo di uscita sospeso dal alto opposto rispetto al Modulo, potrebbe verificarsi l'evaporazione a partire dall'estremità del tubo. Quindi, la pressione sul sensore come anche il livello del liquido. È possibile facilmente testare quanto tale pressione influisce su f e D avviando una misurazione in liquido e conseguentemente muovere lentamente l'estremità del tubo su e giù. La stessa cosa può inoltre accadere se la valvola nel sensore presenta delle perdite. Allora la pressione (e possibilmente anche la temperatura) può lentamente cambiare causando una deriva.

Soluzione: Collegare la pompa dopo al Modulo di Flusso. Se il tubo di uscita si presenta libero, la miglior opzione sarebbe se l'ultimo tratto di quest'ultimo fosse orizzontale. Allora, una minima evaporazione dell'estremità del tubo non cambierebbe il livello dell'acqua e quindi la pressione percepita dal sensore. È inoltre possibile posizionare una valvola all'estremità del tubo la quale bloccherebbe del tutto l'evaporazione.

6. Tensioni sul supporto. La maggior parte delle tensioni fisiche sul sensore influenza tutte le frequenze di risonanza e i fattori di dissipazione anche se gli effetti sono solitamente più evidenti nel Modulo fondamentale piuttosto che nell'armonica. Il montaggio del sensore all'interno della camera determinerà inevitabilmente tensioni sul sensore dal momento che gli O-ring e i fili di contatto in oro eserciteranno una forza sul sensore. Se tali forze vengono mantenute costanti durante l'analisi, non dovrebbero causare alcun problema. Tuttavia, qualsiasi cambiamento relative a tali tensioni, determinerà cambiamenti in f e D . Per esempio, se il sensore è posizionato in maniera disomogenea sull'O-ring, potrebbe verificarsi uno scorrimento lento in quest'ultimo il quale cambierà le tensioni sul supporto. Inoltre, i cambiamenti di temperatura modificheranno il diametro e le proprietà elastiche dell'O-ring come anche le dimensioni della camera di analisi in piccole quantità. Ciò potrebbe considerarsi abbastanza per mettere a rischio le tensioni sul supporto.

Soluzione: Fare attenzione durante il montaggio del sensore assicurandosi che questo venga posizionato omogeneamente e centrato sull'O-ring. Assicurarsi ulteriormente che l'O-ring e il sensore siano puliti e privi di particelle di polvere. Le tensioni possono essere a volte rilasciate battendo con un dito sul Modulo di Flusso.

7. Backside reactions. La parte posteriore del sensore è sensibile alle reazioni superficiali tanto quanto la parte frontale. Se, per esempio, ci fosse un grosso cambiamento circa l'umidità sulla parte posteriore del sensore a causa di perdite o a un ampio cambiamento di temperature, la quantità di acqua assorbita cambierà e pertanto influenzerà f e D . Si noti che il volume sulla parte

posteriore del sensore è in contatto con l'ambiente attraverso i fori per i contatti caricati a molla.

Soluzioni: Assicurarsi che il punto di condensazione dell'aria intorno alla piattaforma (la quale è in contatto con la parte posteriore del sensore) sia sufficientemente più alto della temperatura di analisi. Vedere la sezione Perdite descritta qui sopra.

8. **Dilatazione dell'O-ring.** Al passaggio dal lavoro con un solvente a un altro, l'O-ring potrebbe dilatarsi o restringersi a causa delle proprietà modificate del liquido (Vedere la sezione Tensioni sul supporto descritta qua sopra)

Soluzione: Usare diversi O-ring per differenti solventi, o effettuare un ammollo di circa due ore quando avviene il cambiamento da un liquido a un altro.

9. **Scarso contatto elettrico.** Il fattore di dissipazione misurato aumenterà se è presente uno scarso contatto elettrico (alta resistenza elettrica) tra il sensore e i fili di contatto in oro. Ciò incrementerà il rumore oltre che delle possibili derive. Indicativo di tale problema è che un sensore pulito ha un alto fattore di dissipazione ($> 40 \times 10^{-6}$) quando tale valore viene misurato in aria.

Soluzione: Assicurarsi che il sensore sia propriamente montato affinché i fili di contatto in oro abbiano un ottimo contatto elettrico con gli elettrodi del sensore. In casi di dubbi, consultare la sezione del manuale inerente al montaggio del sensore. È importante che la parte posteriore degli elettrodi risulti pulita. Ciò potrebbe essere un problema nel caso la parte frontale del sensore è stata rivestita con uno strato isolante, il quale può diffondersi facilmente oltre il limite del sensore. Assicurarsi che i cavi di contatto in oro non siano danneggiati e che siano alloggiati in maniera ferma intorno al proprio o-ring.

Quando viene sciacquato con il liquido, il segnale non ritorna ai valori di base o risulta instabile.

1. Potrebbe esserci stata una formazione di bolle sul sensore. In caso queste ultime risultino intrappolate nelle vicinanze del sensore stesso, il segnale di misurazione spesso non ritorna ai valori di base originale dopo il risciacquo. Muovendosi, le bolle creano l'instabilità del segnale. Soluzione: evitare la formazione delle bolle stesse. Usare preferibilmente liquidi degassati. Non inserire liquido con una temperatura inferiore a quella di lavoro della camera di analisi in quanto i gas disciolti potrebbero essere rilasciati durante il riscaldamento (Vedere la sezione "Avviare un'analisi")
2. I contaminanti all'interno del liquido campione possono determinare instabilità. Controllare la qualità dei campioni.
3. Il sensore potrebbe subire uno "shock di pressione". Potrebbero verificarsi salti irripetibili in f e D se il sensore viene meccanicamente stressato dall'incremento della pressione su un lato del sensore quando un fluido viene forzato attraverso la camera di analisi. Si consiglia di non usare portate elevate della pompa.
4. Il sensore potrebbe subire uno "shock di temperatura". Potrebbero verificarsi salti irripetibili in f e D se il sensore viene subisce uno shock termico, ossia con un cambio rapido della temperatura dello stesso. Assicurarsi di mantenere le soluzioni campione alla temperatura equivalente a quella impostata. Inoltre, non aumentare la velocità del risciacquo al di sopra al fine di permettere al campione di stabilizzarsi alla temperatura impostata nel Modulo di Flusso prima di raggiungere la superficie del sensore.

La frequenza fondamentale è meno stabile di quella armonica.

La frequenza fondamentale è maggiormente sensibile al montaggio del sensore e alle condizioni ambientali del campione stesso rispetto a quella armonica.

- a) Potrebbero essere attuate delle piccole migliorie rimontando il sensore e controllando la qualità del liquido campione.
- b) Raccogliere dati solo dall'armonica (consigliato).

6.4 Dopo un'analisi

Si è riscontrata la presenza di liquido nell'area del sensore dopo l'apertura del Modulo.

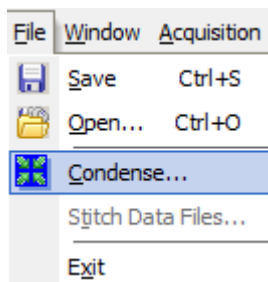
Il liquido presente sul "lato dell'ancora" del sensore è grave circa le analisi QCM-D. Se il lato posteriore dello stesso risulta esposto a gocce di liquido, I processi di stabilizzazione a umidità controllata influenzeranno le linee di base si f e D e rovinerebbero qualsiasi tentativo di analisi qualitative. In via preventiva:

1. Controllare che il sensore non abbia spaccature o buchi alle estremità. Tale danneggiamento potrebbe ridurre la capacità di tenuta dell'O-ring.
2. Controllare che il sensore sia centrato sopra all'O-ring.
3. Controllare che i tubi di collegamento siano bene stretti. Se si riscontra del liquido fuori dal dado nero, è importante che la tubazione in PTFE sia tagliata a esattamente 90 gradi per assicurare una guarnizione propria. Si consiglia di usare il taglia-tubo incluso nel Liquid Handling Set.

Il file dati del QSoft401 è molto grande e difficile da utilizzare con i classici programmi d'applicazione

Un'analisi molto lunga (diverse ore o più) con un'altissima risoluzione temporale possono facilmente possono creare un file dati QSoft401 che supera 1 MB. Soluzioni:

- a) Usare la funzione Condense, nel menù "**File**" del QSoft401.



Vedere la sezione "QSoft401 / Condense a measurement" per maggiori dettagli.

- b) Per le seguenti analisi lunghe, la quantità di dati possono essere mantenute più bassa spostando il perno verso "Low noise" nella sezione "Resonance optimization window".

7 Specifiche Tecniche dell'Analizzatore

Condizioni di utilizzo

Lo strumento è concepito per un uso interno a un laboratorio. Per analisi ottimali, la temperatura ambientale dovrebbe essere in un range tra 18 e 25 °C e stabile entro i 2°C. Non operare a temperature ambientali inferiori ai 5 °C e superiori ai 30°C.

Dati Elettrici QE401

Tensione nominale di alimentazione 115-120/220/230-240 V AC, 50-60 Hz
L'alimentazione dovrebbe essere collegata a terra
Potenza, massima 120 VA
Valutazione dei Fusibili T800 mA 250 V (at 220/230-240 V)
T1.6 AL 250 V (at 115-120 V)

Consumo Energetico, Analizzatore

Potenza, massima 150 VA
Potenza, media 75 VA
Potenza, standby 30 VA

Software

Requisiti PC USB 2.0 o superiore, Windows 10 (consigliato 64-bit)
Dati Input, software analitico Dati di frequenza multipla e dissipazione.
Dati Output, software analitico Valori di viscosità, elasticità, spessore e costanti cinetiche modellati

Import/export Excel, BMP, JPG, WMF etc.

Sensori e sistema di gestione dei campioni

Numero di sensori 4
Volume al di sopra di ogni sensore ~ 40 µl usando QSense Flow Module per sensori da 5 MHz sensors
Volume di campione minimo, Modulo di Flusso Consigliato da 300 µl ma possibile apportare adattamenti per scendere a 200 µl.
Temperature di lavoro^a da 15 a 65 °C, controllata tramite software, stabilità ± 0.02 K
Portate Medie^b per il riempimento del sistema: 100 - 400 µl/min
Per l'analisi: 25 - 150 µl/min
Sensori^c 5 MHz, 14 mm diametro, levigato, AT-cut, elettrodi in oro
Pulizia Tutte le parti esposte a liquido possono essere rimosse e pulite in, per esempio, un bagno ultrasonico

Caratteristiche della frequenza e della dissipazione

Range di frequenza 1-72 MHz (fino al 13th armonico, 65 MHz per un sensore da 5 MHz)
Massima risoluzione temporale, 1 sensor, 1 Frequenza da ~300 punti dati al secondo

Caratteristiche prestazionali

Le analisi sono state eseguite con un sensore QSX303 SiO₂ a una temperatura di 20°C e in acqua deionizzata a un flusso pari a 15 µL/min, utilizzando un canale di analisi. Ogni modalità di analisi è stata eseguita per circa 5 minuti. Si noti che utilizzando più di un canale, si ridurrà il tempo di risoluzione dell'analisi.

Mode	Time to capture 7 harmonics (s)	f/n-noise (Hz)	Mass-noise (ng/cm ²)	D-noise (x10 ⁻⁶)
Rumore Basso	1.52	0.03	0.52	0.01
Rumore Normale Basso	0.76	0.04	0.43	0.02
Normale	0.38	0.06	1.13	0.03
Alta velocità-Normale	0.12	0.13	2.22	0.05
Alta velocità	0.04	0.26	4.61	0.10

Dimensioni	Altezza (cm)	Larghezza (cm)	Profondità (cm)	Peso (kg)
Unità Elettronica	18	36	21	9
Piattaforma della Camera	12	23	34	8

^a La stabilità della temperatura sulle variazioni dipende da come l'ambiente influisce sul riscaldamento o il raffreddamento della camera. La stabilità di temperatura specificata potrebbe non essere mai raggiunta se la temperatura dell'ambiente cambia di $\pm 1^\circ \text{C}$ e se c'è una corrente d'aria o una fonte di calore nelle vicinanze. La temperatura delle soluzioni campione fuori dalla camera dovrebbe preferibilmente stare entro $\pm 2\text{K}$ dalla temperatura di lavoro di quest'ultima.

^b Per le portate massime. Vedere il manuale della pompa (il range di flusso per la tubazione di default per IPC-N4 è 0.0058 - 0.58 ml/min per canale). Si noti che le analisi a portata elevate potrebbero essere rumorose.

^c Sono disponibili sensori in diversi materiali, es SiO_2 , Ti, acciaio inox, PS

Le caratteristiche tecniche sono soggette a modifiche senza preavviso.

8 Dichiarazione di conformità CE



EU DECLARATION OF CONFORMITY

We,

Biolin Scientific Oy, Tietäjantie 2, Espoo, Finland

as the manufacturer declare under our sole responsibility that the following products

QSense Analyzer, Explorer and Initiator (QSE 002, QSE 003, QSE 005)

are in conformity with the following European Directives

Low Voltage Directive 2014/35/EU

EMC Directive 2014/30/EU

RoHS Directive 2011/65/EU

The following harmonised European standards have been applied

EN 61010-1:2010/A1:2019

EN IEC 61010-2-010:2020

EN 61326-1:2013

Espoo, Finland

4.1.2023

Sten Brandt

Supply Chain Director

Biolin Scientific Oy

Biolin Scientific Oy, Tietäjantie 2, 02130 Espoo, Finland
Phone: +358 9 5497 3300, Fax: +358 9 5497 3333, E-mail: info@biolinscientific.com
biolinscientific.com