

**PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS QUE HAN DE REGIR EN EL  
CONTRATO DE SUMINISTRO DE UN EQUIPO PIROLIZADOR ACOPLADO  
A UN CROMATOGRAFO DE GASES CON DOS DETECTORES  
(IONIZACION DE LLAMA (FID) Y ESPECTROMETRIA DE MASAS (MS))  
A ADJUDICAR POR PROCEDIMIENTO ABIERTO SIMPLIFICADO CON  
PLURALIDAD DE CRITERIOS**

## **1. PRESCRIPCIONES GENERALES.**

El presente pliego describe los criterios mínimos de obligado cumplimiento para las ofertas que presenten las empresas interesadas en el suministro y puesta en marcha de un Pirolizador (Pyr) acoplado a un Cromatógrafo de Gases (CG) acoplado a dos detectores (ionización de llama (FID) y Espectrometría de Masas (MS) (Pyr-CG-FID/MS) para la Fundación IMDEA Agua.

Aquellas propuestas de los licitadores que no cumplan los requerimientos mínimos especificados en el presente pliego técnico serán excluidas del concurso.

## **2. CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS MÍNIMAS OBLIGATORIAS DEL EQUIPO**

A continuación, se describen las características técnicas mínimas que deberá cumplir necesariamente el Pirolizador (Pyr) acoplado a un CG-FID/MS.

### **2.1. El equipo Pyr-CG-FID/MS deberá contar con:**

#### **2.1.1. Un sistema de pirolisis (Pyr) formado por;**

- Filamentos de platino con muestreador automático para tubos de cuarzo.
- El Pyr debe estar totalmente automatizado para CG-MS, para la degradación térmica de la muestra y tiene que incluir una torreta o muestreador automático de inyección de líquidos que permita el análisis reproducible de como mínimo de 48 muestras.
- Un Software de control del pirolizador para Windows 10.
- Debe incorporar una válvula on-line/off-line para la purga automática del sistema antes del análisis y limpieza después de cada análisis de una forma fácil y fiable, ahorrando consumo de gas cuando el equipo está en modo de reposo.
- Un sistema con sensores ópticos que detectan y cuentan los tubos, alineen el carrusel automáticamente y aseguren que los tubos utilizados salen fuera de la unidad antes de que otra muestra pueda ser cargada para su análisis.

- Una reproducibilidad igual o inferior al 1.5 % RSD (en comparación de ratios de trímeros/monómeros en poliestireno).
- La pirólisis debe producirse mediante calentamiento resistivo en un filamento de platino.
- El equipo deberá poder trabajar también con pirolisis en atmósfera controlada (oxidante o reductora), incluyendo una trampa interna con adsorbente químico para la colección de los subproductos de pirolisis generados tras la pirólisis con gas reactante. Estos analitos deberán poder ser desorbidos térmicamente con el calentamiento de la trampa hasta 350°C.
- Deberá incorporar modos de limpieza de la cámara de pirolisis, con venteo hacia la atmósfera, así como, un proceso automático de comprobación de la estanqueidad del sistema antes de cada análisis (comprobación de fugas automático).
- Debe tener una programación multipaso con etapas ilimitadas, incluyendo la temperatura inicial, rampas, y temperatura final en cada análisis con inicio de programación del GC automático al empezar la pirolisis de cada muestra y en cada uno de los ciclos.
- Tendrá que ser posible realizar múltiples análisis sobre la misma muestra con diferentes métodos de trabajo para la optimización de las condiciones de pirólisis. En caso de trabajar con múltiples análisis el GC/MSD, el pirolizador realizará automáticamente una inyección para cada pirolisis.
- La temperatura de trabajo desde ambiente hasta una **temperatura mínima en filamento de pirolisis de 1200°C**, programables en incrementos de 1°C con multirampas de calentamiento programables.
- La configuración del pirolizador deberá estar preparada para poderle conectar un reactor catalítico que incorpore un lecho catalítico fácilmente intercambiable. El catalizador deberá permitir el uso de cualquier tipo de gas reactante, incluyendo Hidrógeno y Oxígeno, y deberá permitir realizar **reacciones catalíticas a temperaturas de hasta 500 °C en atmosfera totalmente controlada**.
- El pirolizador no debe ocupar un puerto de inyección del GC, pudiendo compartir el inyector con inyecciones líquidas directas en el puerto del GC sin tener que montar o desmontar físicamente el pirolizador del GC.
- Por último, deberá incluir una;
  - ✓ Estación y kit de manipulación de muestras
  - ✓ Materiales de referencia (Kraton 1107, Nylon y Polietileno)
  - ✓ Pirogramas y Bibliografía en soporte CD
  - ✓ Al menos 20 tubos de cuarzo y de llenado
  - ✓ Librerías de Polímeros
  - ✓ Librería de Aditivos

#### 2.1.2. Un **Cromatógrafo de gases (CG)** equipado con:

- Un inyector automático Split/splitless
- Una torreta de inyección de líquidos automática con una capacidad para 16 muestras, jeringa de 10 µL y botellas de disolvente.

- Una trampa de oxígeno y otra de humedad, "liners" desactivados y septums
- Un kit de unión, con conexión de columna inerte y sin fugas, de alta temperatura, con bastidor de montaje en horno. Para montar y desmontar la columna sin quitar el vacío de las masas.
- Un sistema de división de flujo (splitter) no purgado con tecnología microfluidica.
- Una interfase capilar directa para el MS con zona termostatzada, que permite incluir otros detectores.
- Debe contener canales y neumática totalmente automática controlada electrónicamente, con tecnología de flujo capilar con uniones capilares fiables, libres de fugas, con uniones de volumen muerto cero y materiales totalmente inertes de baja resistencia térmica.
- Debe operar a presión constante, flujo constante y programado controlado desde la estación de datos.
- Control de cada presión y cada flujo electrónicamente. Compensación automática de las variaciones de temperatura y presión atmosférica ambiente del laboratorio, consiguiendo una buena reproducibilidad.
- Las Repetitividad del tiempo de retención  $< 0'008\%$  ó  $< 0'0008$  min y la Repetitividad del área  $< 1\%$  RSD.
- Un Horno programable de hasta 6 rampas de temperatura de  $4^{\circ}\text{C}$  a  $450^{\circ}\text{C}$ , con una velocidad máxima de calentamiento de  $120^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Tiempo del ciclo de enfriamiento del horno de 10 min de  $340^{\circ}\text{C}$  hasta  $50^{\circ}\text{C}$  con 1 min de equilibrio.
- Un almacenamiento de 5 métodos en memoria y de 5 secuencias de inyector automático desde el teclado del cromatógrafo.
- Las características BPL (Buenas Prácticas de Laboratorio): Fácil archivo y documentación de cada método, Registro de la fecha y la hora en ficheros no editables, junto con el método, registro de las desviaciones del análisis.

2.1.3. **Dos detectores;** un detector de Ionización de llama (**FID**) y un espectrómetro de masas (**MS**) con fuente inerte compuesta por:

- Una fuente inerte de impacto electrónico (EI) dotada de una interfase capilar directa y controlada desde el cromatógrafo de gases. Fuente de material inerte inactiva incluso para compuestos reactivos y programable hasta  $350^{\circ}\text{C}$ .
- Doble filamento conmutable por software, con voltaje seleccionable por el usuario.
- Interfase entre el cromatógrafo y el espectrómetro capilar de menos de 20 cm
- Filtro de masas cuadrupolar: deberá ser hiperbólico, monolítico, de cuarzo y recubierto de oro, pudiéndose calentar hasta  $200^{\circ}\text{C}$ .
- *Sistema de detección* de triple eje, que permita reducir la entrada de ruido al detector mejorando la relación señal/ruido y la sensibilidad. Que incluya: un dínodo de alta energía (HED) y un multiplicador de electrones de triple canal (EM)

- Filtrado tridimensional de la señal que permia rebajar los niveles de detección y cuantificación en matrices complejas, reduciendo el número de falsos negativos y asegurando unas líneas de base más reproducibles.
- Posibilidad de realizar el sintonizado de manera manual (manual tune) o automática (autotune).
- Modos de operación SCAN y SIM, de modo independiente o simultánea. Función que facilite la creación de métodos SIM a partir de datos en Scan.
- Sistema de vacío común para la fuente de iones y el filtro de masas estando dotado de una bomba turbomolecular refrigerada por aire y una bomba mecánica de dos etapas.
- Panel local de control que permita al usuario verificar el funcionamiento del sistema, ventear el MS, y monitorizar el estado sin interacciones con la estación de datos
- Rango de masas: 1'6 a 1.050 uma en pasos de 0'1 uma. Relación isotópica estable a lo largo de todo el rango de masas.
- Velocidad de scan: Hasta 20.000 uma/s
- Resolución de masa: la unidad de masa en todo el rango.
- *Sensibilidad en SCAN EI*: 1 µl de disolución a 1 pg/ul de octafluornaftaleno (OFN), darán una relación de al menos **1500:1** s/n RMS para la señal del ion en la masa 272'0 con Helio (inyección manual)
- *Sensibilidad en SIM EI*: 100 fg de octafluornaftaleno (OFN) inyeccion de 1 µl de iso-octano en una columna HP-5MS o equivalente de 30 m x 0'25 mm x 0'25 µm, adquiriendo datos de 1'9 ciclos/seg, con un tiempo de vida de 500 mseg,
- Estabilidad masas  $\pm 0'1$  uma/48 horas, asumiendo la operación a temperatura constante, estadística del ion adecuado y el equilibrio térmico de la electrónica.
- Exactitud de masa: Inyección de 1µl de disolución de 100pg/µl de OFN escaneando entre 50 y 300uma representará la medida de la masa monoisotópica del mismo de  $271.987 \pm 0,005$ umas usando opcionalmente un paquete de software de masa exacta en modo Scan
- Precisión de masas: la inyección de 1µl de disolución de 100pg/µl de OFN escaneando entre 50 y 300uma representará una precisión espectral del 99% usando opcionalmente un paquete de software de masa exacta en modo Scan
- Rango dinámico total de  $10^6$ . Las curvas de calibración serán lineales a lo largo de cuatro órdenes de magnitud
- Repetitividad: de la señal con  $RT < 0'0012$  min con variación en la reproducibilidad del área  $< 2'0\%$  RSD
- Filtro de masas: tipo cuadrupolo hiperbólico recubierto de oro, protegido por unas lentes.
- Energía de ionización variable entre 5 y 241'5 eV voltaje del filamento seleccionable por el usuario.
- Corriente de ionización. La corriente de emisión del filamento es seleccionada por el usuario en el rango de 0 hasta 315 µA en todos los modos de operación.
- Calentamiento independiente de la fuente, del cuadrupolo y la interfase GC/MS:
  - Temperatura de la fuente de electrónica ionización de 150° a 350°C seleccionable por el usuario.

- Temperatura del cuadrupolo de 106° a 200°C seleccionable por el usuario.
- Sistema de vacío: compuesto por una bomba turbomolecular con una velocidad de bombeo mínima de 255 l/s. Sistema de refrigeración por aire. El grado de vacío previo se controlará internamente en todo momento desde el software.
- El ciclo venteo/vacío se deberá realizar automáticamente vía software.
- Características de seguridad: interrupción automática para proteger el sistema contra excesos de presión, excesos de voltaje en el multiplicador de electrones y fallo en el filamento. Altas presiones en el sistema causan un corte automático de las bombas y de la electrónica del MS. La bomba mecánica cierra automáticamente la válvula antisucción durante los fallos de corriente, evitando la contaminación de aceite.

## **2.2. Programas de software de control, adquisición y procesado de datos y estación de trabajo**

- Debe incluir el ordenador, pantalla (TFT) e impresora láser, teclado y ratón.
- Software Windows 10.
- El software de control debe ser automatizado y controlar todo el sistema del Pyr-CG-FID/MS.
- La comunicación LAN y sistema operativo deberá ser compatible con Windows 10. Y tienen que ser visibles de manera inmediata todos los parámetros del GC y del FID y MSD, con gráficas en tiempo real que muestren el estado del instrumento, el software debe ser tanto cualitativo como cuantitativo.
- La estación de trabajo debe operar en entorno Windows, e incluir CPU y disco duro con procesador de al menos 16 GB de RAM y un disco duro de 1TB.
- Adquisición y control con una pantalla única. Una única pantalla da acceso a todos los parámetros de configuración del instrumento y de adquisición de datos.
- El software tiene que permitir la programación en tiempo real de entre otros parámetros: a) cromatograma FID b) el tipo de espectro Scan, SIM o sincrónico (entre otros métodos de toma de datos, c) control automático de los procesos de calibración incluyendo el control de la electro-válvula de selección de los recipientes contenedores de los calibrantes.
- Almacenamiento en el disco de los cromatogramas y espectros para su posterior evaluación, y de los parámetros de adquisición de datos, para su utilización en posteriores análisis.
- Función que permita procesar los datos antes de que termine el análisis y de forma simultánea con la adquisición de datos.
- Control automatizado de las herramientas de sintonizado automático desde el software de control de instrumento para maximizar la sensibilidad, con posibilidad de incluirla como un parámetro del método.
- El software de tratamiento de datos permitirá cargar múltiples ficheros de datos simultáneamente para facilitar su rápida revisión, así como automatizar diversas tareas al cargar ficheros, como extracción de cromatogramas de iones, integración e impresión entre otras posibles

- Posibilidad del establecimiento de tolerancias por el usuario basadas en valores de señal/ruido, recuperación, abundancias relativas de iones, controles de calidad, exactitud, precisión, tiempo de retención, etc
- El software permitirá la utilización del programa Microsoft Excel para el diseño de informes personalizados,
- Deberá incluir avisos previos de mantenimiento.
- Posibilidad de soporte vía asistencia remota de forma segura (internet).

**2.3. Disponibilidad de técnicos cualificados en España,** para dar soporte a la técnica Pirólisis-GC/MSD así como, la reparación y mantenimiento del equipo.

### **3. GARANTIA**

La garantía mínima será de 12 meses. La garantía comenzará a contar a partir de la fecha de puesta en funcionamiento del equipo en el laboratorio.

La garantía comprenderá:

- ✓ Reparación o sustitución de los equipos in situ, componentes o piezas averiadas.
- ✓ Las reparaciones necesarias, comprendiendo éstas los materiales, mano de obra y desplazamiento del personal técnico al lugar donde estarán instalados.

Además, el adjudicatario debe disponer de un servicio de asistencia técnica propia y garantizar la atención de incidencias en un plazo no superior a 24 horas en días laborables desde el aviso.

El soporte técnico necesario se prestará de forma gratuita durante el plazo de garantía estimado para el contrato.

### **4. CURSO DE FORMACION OBLIGATORIO**

La empresa que resulte adjudicataria deberá impartir un plan de formación teórico/practico, de un mínimo de 16 horas lectivas, sobre el manejo y puesta a punto de los métodos de análisis, interpretación de los resultados y aplicaciones del pirolizador en el sector medioambiental. El licitador aportará un programa detallado de los contenidos, identificando a los ponentes y su titulación académica. Dicho curso para el personal de la Fundación, IMDEA Agua se impartirá en la sede de la misma sin coste adicional alguno.

El curso de formación debe incluir la puesta a punto de las metodologías para la identificación y cuantificación de microplásticos en aguas (bien utilizando estándares y/o muestras reales).

## 5. PLAZO DE ENTREGA

Veinte días naturales desde la firma del contrato.

## 6. DOCUMENTACIÓN

Las empresas concurrentes a la presente licitación deberán presentar una **memoria técnica** detallada que estará incluida en el **SOBRE N°2 de Documentación Técnica** y que contendrá la siguiente información:

- A. Características técnicas obligatorias del equipo: En este apartado se adjuntará la siguiente información sobre el equipo: Descripciones, gráficos, tablas, certificados de laboratorios homologados o cualquier otra documentación que permita contrastar que el equipo ofertado por el licitador cumple las características técnicas obligatorias descritas en el presente pliego técnico.

La información de este apartado servirá al Comité Técnico de Contratación para comprobar que el equipo propuesto cumple las características técnicas mínimas especificadas en el presente Pliego Técnico.

- B. Plan de formación y software obligatorio. En este apartado las empresas indicarán el programa detallado del curso de formación. Asimismo, también incluirá el paquete de software con su descripción técnica.

La información de este apartado servirá al Comité Técnico de Contratación para comprobar que el Plan de Formación propuesto cumple las especificaciones obligatorias para los cursos de formación descritos en el presente Pliego Técnico.

**La documentación técnica se presentará en forma impresa y debidamente firmada por el representante de la empresa. Se incluirá, además, una copia de dicha documentación en un CD. Los ficheros tendrán formato PDF o WORD.**

## 6. RELACIONES CON LA FUNDACIÓN

Serán las estipuladas en el Pliego de Cláusulas Jurídicas del presente concurso.

POR LA FUNDACIÓN,

EL ADJUDICATARIO,