PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS PARA EL SUMINISTRO E INSTALACIÓN DE DOS CROMATÓGRAFOS CON SUS CORRESPONDIENTES DETECTORES EN EL CENTRO OCEANOGRÁFICO DE VIGO (FINANCIADO CON FONDOS FEDER)

El presente Pliego de Prescripciones Técnicas (PPT) tiene por objeto definir las características y requisitos técnicos que habrán de reunir los bienes que se oferten para el suministro de un **cromatógrafo de gases equipado con detector de triple cuadrupolo** y un **cromatógrafo de líquidos de alta eficacia con detector de fluorescencia de longitud de onda programable**, con destino al equipo de Contaminación Marina en el Centro Oceanográfico de Vigo (COV) del Instituto Español de Oceanografía.

Ambos equipos tendrán como fin principal la detección y cuantificación de contaminantes orgánicos en el medio marino, por lo tanto, las características técnicas de los mencionados equipos están supeditadas a la capacitación de los mismos para poder cuantificar adecuadamente estos contaminantes en las concentraciones presentes en el medio marino. Estos equipos permitirán incrementar la precisión y rapidez con la que se analizan los grupos de contaminantes de mayor interés (regulados y emergentes), incluso en matrices complejas como son las matrices marinas, y aumentar el número de contaminantes que será posible determinar en este laboratorio.

La financiación para la adquisición proviene de la convocatoria 2015 del programa Infraestructuras y con referencia IEOC15-DE-3174

1. OBJETO DEL CONTRATO

El objeto de este contrato es el suministro con instalación y puesta en marcha de **un cromatógrafo de gases con detector de triple cuadrupolo (GC-QQQ)** y un **cromatógrafo de líquidos de alta eficacia con detector de fluorescencia de longitud de onda programable (HPLC-FLD)**, para la determinación de contaminantes en matrices marinas, e instalación de ambos en el Centro Oceanográfico de Vigo.

El equipo **GC-QQQ** estará formado por un sistema de inyección robotizado, un equipo de cromatografía de gases y un detector MS/MS de triple cuadrupolo. Todo ello apoyado con un sistema de control apropiado para la adquisición y tratamiento de los resultados analíticos.

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO
(PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

El equipo **HPLC-FLD** permitirá trabajar con hasta 600 bar de presión e incluirá muestreador automático, bomba cuaternaria y sistema de desgasificación de disolventes, compartimento de columna termostatizado con precalentamiento de disolventes y detector de fluorescencia de longitud de onda programable. Todo ello apoyado con un sistema de control apropiado para la adquisición y el tratamiento de los resultados analíticos.

En ambos casos se incluirá la puesta en marcha del sistema y la formación del personal técnico del IEO. Se incluirá asimismo, también para los dos equipos la documentación referente a la garantía y que incluya piezas, desplazamientos, mano de obra y consumibles involucrados en la reparación.

2. ALCANCE Y ESPECIFICACIONES TÉCNICAS DEL SUMINISTRO

Las especificaciones técnicas que se presentan en este apartado para los equipos deben ser consideradas como clave y mínimas del requerimiento del IEO para conseguir los objetivos y la calidad analítica requerida en el análisis de contaminantes en medio marino.

A. COMPONENTES PRINCIPALES Y ESPECIFICACIONES TÉCNICAS DEL SISTEMA GC-QQQ

- **SISTEMA DE INYECCIÓN ROBOTIZADO:**

1. Capacidad de solapar el método de preparación de muestra con la inyección de forma completamente automática y con una simple selección del ratón.
2. Sistema multiposición para, al menos, 50 muestras. Deberá disponer de la posibilidad de calentamiento y enfriamiento de la bandeja de muestras para ajustarse a las características de los compuestos/matrices a medir.
3. Capacidad de inyección de muestras líquidas en ambos portales de inyección.
4. Capacidad de inyección desde pequeños a grandes volúmenes. Admitirá jeringas de líquidos desde 2 µL hasta 1000 µL sin necesidad de cambiar el adaptador de jeringa.

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO
(PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

5. Debe incorporar un brazo de 120 cm de longitud.
6. Capacidad de ampliación a Headspace y SPME (Microextracción en fase sólida) o tipo Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE).
7. Dicho sistema robótico deberá ser controlado desde software del nuevo equipo trabajando así conjuntamente con todos los componentes que lo integran, de forma que la programación de flujos, temperatura y otros parámetros de trabajo del cromatógrafo esté coordinada con el sistema robótico de inyección.

- **CROMATÓGRAFO DE GASES:**

8. Sistema de control de flujo programable controlando tanto la presión como la temperatura. Dispositivos de flujo capilar totalmente inertizado que permitan operaciones de Backflush, división de flujo y/o cambios de columna sin modificar el rendimiento de los detectores.
9. Horno con **temperatura programable** entre la temperatura ambiente + 5ºC y 450ºC. También debe de enfriar en menos de 5 minutos de 450ºC hasta 50ºC. El horno debe permitir el uso de hasta 20 rampas de temperaturas con gradientes de hasta 200ºC/min y que permita también rampas negativas.
10. Un inyector para columnas capilares Split/splitless.
11. Un Inyector para grandes volúmenes programable en temperatura que permita trabajar como Split/Splitless o PTV.
12. Sistema para sustitución rápida de los liners del Inyector sin necesidad de herramientas ni de esperas hasta su enfriamiento.
13. Control de presiones programable hasta la milésima de psi (0,001psi) para que permita trabajar mediante congelación de los tiempos de retención.
14. Sistema programable "ECO" para ahorro de helio y electricidad, de modo que se reduzcan los costes operativos del equipo durante su funcionamiento El coste del gas requerido para los análisis con cromatografía de triple cuadrupolo es muy elevado por su alta pureza. La incorporación de este módulo es por ello fundamental para realizar los análisis con un coste económico aceptable y muy inferior a los equipos que no lo incorporan.

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO
(PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

- **DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS DE TRIPLE CUADRUPOLO**

15. Detector de triple cuadrupolo para conseguir una mejora de la sensibilidad a lo largo de todo el intervalo de masas gracias a una mayor selectividad de los iones al atravesar cada uno de los cuadrupolos.
16. Fuente de iones del sistema de detección del equipo fabricada con material inerte y capaz de producir la ionización por impacto electrónico para conseguir una mayor sensibilidad y adecuar la detección según los analitos que interesen en cada muestra o estudio. Esta fuente ha de ser programable entre las temperaturas de 150ºC y 350ºC que permita realizar la ionización por impacto electrónico.
17. Posibilidad de trabajar en los modos SCAN (barridos entre dos masas para tener una información total del contenido de la muestra a analizar), SIM (Monitorización selectiva de iones) o MRM (Monitorización de reacciones múltiples). En MS/MS debe permitir la Monitorización de reacciones múltiples (MRM), precursores y productos y de manera síncrona.
18. Celda de colisión que permita una velocidad de adquisición de mínimo 800 MRM transiciones por segundo con un "dwell time" mínimo de 0,5 milisegundos. Célula de colisión capaz de funcionar con nitrógeno a alta presión y un segundo gas para reducir el ruido de los átomos metaestables, trabajando con masas de 10 a 1050 u.
19. El analizador debe alcanzar hasta 200ºC como vía para reducir la contaminación y maximizar la sensibilidad en matrices complejas.
20. Calentamiento independiente de la fuente, del cuadrupolo y de la interfase cromatógrafo-detector.
21. Ajuste de sintonización del detector de masas automático o manual a elección del usuario.
22. El promedio máximo de barridos en Full Scan debe alcanzar los 20000 uma/s (unidades masa atómica/segundo).
23. El sistema de vacío será común para la fuente y el filtro de masas. Estará compuesto por una única bomba turbo molecular refrigerada por aire con una velocidad de bombeo mínima de 250 l/s y una bomba mecánica previa de al menos 2'5 m3/h. El ciclo de venteo/vacío se deberá realizar automáticamente vía software.

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO
(PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

24. Se deberá demostrar en instalación el límite de detección del instrumento en modo MS/MS, siguiendo los requerimientos de la IUPAC para el cálculo de dicho parámetro, inyectando un máximo de 1 µl con 2 fg (fentogramo) de Octafluoronaftaleno, monitorizando la transición 272 a 222, debiendo ser este inferior a 0.5 fg, realizando 8 inyecciones y demostrando un nivel de confianza del 99% para la precisión de las áreas obtenidas del total de las inyecciones realizadas. Un valor igual o inferior al valor de límite de detección señalado implica que el equipo es capaz de detectar muchos de los contaminantes orgánicos presentes en las muestras de sedimento y biota a concentraciones muy bajas, de acuerdo con los requerimientos que se establecen en los estudios de contaminación marina para muestras de sedimento y biota.

25. La sensibilidad en modo MRM/SRM con ionización Electrónica (EI) utilizando 100 fg de octafluoronaftaleno debe de dar una relación S/N igual o mejor que 30000:1 para la transición MS/MS 272 a 222.

26. El equipo suministrado permitirá trabajar con Hidrógeno como gas portador, disponiendo de toda la documentación necesaria en materia de seguridad y de verificaciones del equipo trabajando con este gas portador y dispondrá de un sistema de modo de ahorro de energía que permita reducir los consumos de gases y eléctricos de todo el sistema de forma automática modo de ahorro de energía que deberá ser activado por software de forma automática en los periodos de inactividad del equipo.

27. Doble filamento seleccionable desde el software.

28. El sistema dispondrá de fuente de ionización autolimpiable que permita llevar a cabo las operaciones de limpieza sin desmontaje de la fuente. mediante la adición de una corriente de hidrógeno.

- **<u>SISTEMA DE ADQUISICIÓN INTEGRADO PARA EL CONTROL DEL EQUIPO</u>**

29- El equipo se suministrará un sistema de gestión de datos cuyas características permitan la integración total con el cromatógrafo suministrado.

30- Control total e integrado de todos los componentes del conjunto ofertado (Sistema de inyección, GC y QQQ) y con una única secuencia de muestras.

31- Permitirá realizar el análisis cualitativo y el cuantitativo en la misma interface gráfica y de forma configurable por el usuario.

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO
(PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

32- Asistente para la selección de la regresión que mejor se ajuste a los puntos de calibrado.

33- Establecimiento de criterios de calidad a los resultados mediante tolerancias para cumplir normativas de calidad.

34- Ha de permitir la emisión de informes personalizados directamente en Excel.

35- Librería NIST (National Institute of Standards and Technology) de compuestos para su identificación a través de los distintos iones generados tras la rotura del compuesto en distintos iones. Deberá incluir bases de datos de condiciones MRM optimizadas.

36- Debe incorporar una Base de datos de transiciones MRM MS/MS de pesticidas y Contaminantes emergentes: Si se incluye al menos una base de datos de transiciones MRM para MS/MS de Pesticidas y Contaminantes medioambientales emergentes (algicidas, herbicidas, fungicidas, insecticidas, rodenticidas, ftalatos, PAH's, PCB's, semiVOC's, PBB's, PDBE's, etc.). Debe incluir información de mínimo 8 transiciones MRM por compuesto con sus intensidades relativas y sus tiempos de retención, fórmula molecular, peso molecular medio, peso molecular mono-isotópico, número CAS, Tiempos de retención / RT) e índices de retención (RI) para tres métodos (flujo constante y presión constante) y la intensidad relativa de cada transición de masas dentro de un mismo compuesto, para al menos 1000 compuestos diferentesEsta base de datos debe de estar integrada en el software para facilitar el trabajo en MRM y el desarrollo de los métodos de trabajo.

37- El equipo una vez instalado en el laboratorio deberá cumplir con toda la legislación de riesgos laborales que corresponda. Para ello su emplazamiento se realizará en una sala específica del laboratorio que cuenta con toma de gases e instalaciones eléctricas adecuadas para este tipo de equipos. Por lo que en este sentido su compra no requerirá ninguna actuación adicional, obra civil o electricidad. Se dispone en el laboratorio de un espacio para su instalación de una anchura de 2 m y 0.75 m de fondo; el sistema deberá ser instalado en un espacio de estas dimensiones.

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO
(PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

B. COMPONENTES PRINCIPALES Y ESPECIFICACIONES TÉCNICAS DEL HPLC-FLD.

- **BOMBA CUATERNARIA Y DESGASIFICADOR**

38. Bomba para gradientes cuaternarios de presión máxima 600 bares con desgasificador de vacío para cuatro canales.
39. La válvula de entrada debe ser activada electrónicamente y sincronizada a la embolada del pistón, para eliminar la formación de vapor con solventes volátiles y sin necesidad de mantenimiento.
40. Precisión de Flujo: < 0.07% RSD (desviación estándar relativa) (típicamente < 0.02% RSD) o ≤ 0.02 min SD (desviación estándar)
41. Volumen muerto del gradiente: 800 - 1.100 µl (microlitros) dependiendo de la presión de retroceso.
42. Precisión de la Composición: < 0.20% SD, entre 0.2 y 1 ml/min.
43. Compensación de la compresibilidad seleccionable por el usuario en función de la compresibilidad de la fase móvil.

- **MUESTREADOR AUTOMÁTICO**

44- Muestreador automático, controlado electrónicamente que permita de forma opcional la termostatización de la bandeja de muestras por debajo de temperatura ambiente.

45- Debe soportar hasta 600 bares y un rango de flujos desde 0,2 hasta 10 ml/min.

46- Capacidad para más de 100 viales de muestra.

47- Debe permitir el solapamiento de inyecciones para aumentar la productividad.

48- Capacidad para realizar derivatizaciones y otro tipo de inyecciones programadas en el mismo automuestreador previas a la inyección.

49- Volumen de inyección desde 0.1 hasta 100µL.

50- Precisión de la inyección: <0.3% a partir de 5µL inyectados.

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO (PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

- **COMPARTIMENTO TERMOSTATIZADO DE COLUMNAS**

51- Compartimento termostatizado de columna con capacidad para cuatro columnas de 30 cm, con calentamiento y enfriamiento por Peltier.

52- Rango de temperatura: de 10ºC por debajo de ambiente hasta 80 ºC.

53- Tiempo de calentamiento/enfriamiento: 5 min desde temperatura ambiente hasta 40°C, 10 min de 40° hasta 20°C.

54- Volumen interno de los intercambiadores de calor: debe disponer de alguno de 3 µl o inferior.

- **DETECTOR DE FLUORESCENCIA DE LONGITUD DE ONDA PROGRAMABLE Y RÁPIDA ADQUISICIÓN DE ESPECTROS**

55- Detector de fluorescencia de longitud de onda programable que permita activar y medir hasta en cuatro pares de longitudes de onda (excitación-emisión) diferentes simultáneamente sin comprometer la sensibilidad.

56- Capacidad de rápida adquisición de espectros de excitación o emisión en línea (sin necesidad de tener que capturar el pico en la celda de detección parando el flujo) en un rango de al menos 100 nm por segundo.

57- Paso óptico: 1 a 20 nm. Repetibilidad de la longitud de onda: ± 0.2 nm. Exactitud de la longitud de onda: ± 3 nm.

58- Uso de lámparas de pulsante de Xenon de larga duración (>4000 horas), sistemas de referencia de la lámpara que aseguren energía constante de la lámpara.

59- Frecuencia de pulso de más de 200Hz en modo señal.

60- Frecuencia de adquisición de datos: >50Hz.

61- Celdas de flujo: estándar de 8 µl y presión máxima de al menos 15 bars.

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO (PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

- **SISTEMA DE ADQUISICIÓN INTEGRADO CON SOFTWARE PARA EL CONTROL DEL EQUIPO**

62- El equipo se suministrará un sistema de gestión de datos cuyas características permitan la integración total con el cromatógrafo suministrado.

63- El sistema de gestión de adquisición y gestión de datos debe permitir controlar hasta 4 equipos simultáneamente, adquiriendo de cuatro detectores (máximo 2 de tipo espectral). Se valorará la compatibilidad con los HPLCs existentes en el departamento.

64- Debe controlar todas las variables del instrumento: la bomba, inyector, compartimento termostatizado y detector/es.

65- Debe cumplir con los requisitos de los programas GLP – Buenas Prácticas de Laboratorio

66- Capacidad para la creación de librerías de espectros que podrán ser comparados con los adquiridos para el cromatograma.

67- Permitirá realizar un Mantenimiento Preventivo Asistido. Incluirá videos de las operaciones de mantenimiento así como los procedimientos de verificación del rendimiento del sistema. Incluirá además un sistema de ayudas, basado en tareas paso a paso que el usuario puede visualizar en pantalla y después seguirlas para su auto-entrenamiento.

C. OTROS SERVICIOS REQUERIDOS

68. Instalación, puesta en marcha y formación en el manejo de los equipos. Una vez instalado y en funcionamiento se deberá comprobar y certificar que ambos equipos cumplen con las especificaciones que se piden en el PPT, en especial en lo relativo a las relaciones de señal/ruido obtenidas en el análisis de determinados compuestos patrón que son usados en este tipo de equipos para definir su sensibilidad y capacidad analítica. Así, por ejemplo, en el punto 35 de este PPT, descrito más abajo, se marca el Límite de Detección instrumental mínimo que el equipo GC-QQQ debe de alcanzar con un compuesto estándar como es el octafluoronaftaleno. El equipo que se suministre deberá, una vez instalado y en funcionamiento, analizar este compuesto y demostrar que es capaz de llegar a los valores

SUBIDA A RADIOFARO, 50
CP 36390 - VIGO
(PONTEVEDRA)
APARTADO 1552 - CP 36200
TEL.: 986 49 21 11
FAX: 986 49 86 26

exigidos de límite de detección descritos en el PPT y descritos en su memoria técnica.

3. OTRAS CONDICIONES

Durante un mínimo de 4 días por equipo, un técnico cualificado de la empresa que suministre el equipo deberá adiestrar a los técnicos del IEO en las instalaciones del Centro Oceanográfico de Vigo en el manejo de cada uno de los equipos y de los sistemas de adquisición y tratamiento de datos.

El alcance del suministro del equipo incluye todos los componentes y especificaciones definidos en el apartado 2 de este PPT.

El adjudicatario se compromete a asistir en 24 horas cualquier requerimiento por avería o en Garantía (en días laborables).

En.....a..... de..... de.....

25 ABR 2017

INVESTIGADORA RESPONSABLE DEL IEO

Fdo.: Lucía Viñas Diéguez

EL ADJUDICATARIO

EL DIRECTOR DEL IEO

Fdo.:

Fdo.: Eduardo Balguerías Guerra