



Prescripcions tècniques per a la contractació del subministrament i instal·lació d'un microones d'alt rendiment amb cambra de reacció única model UltraCLAVE V, específic per al tractament de tot tipus de mostres al laboratori, en operacions prèvies a l'anàlisi

1. Antecedents

El Laboratori Agroalimentari és un servei oficial d'anàlisi de la Generalitat de Catalunya, i ofereix els serveis d'anàlisi en matèria agroalimentària, i altres serveis d'assessorament i de suport al sector agroalimentari. També realitza les anàlisis inicials, contradictòries i diriments en procediments d'inspecció, de litigi i en campanyes de control en matèria d'intervenció agroalimentària i de comerç exterior.

Els serveis del Laboratori Agroalimentari són utilitzats per organismes de la Generalitat de Catalunya i per organismes d'altres administracions. L'àmbit d'actuació és Catalunya en primer lloc, però també es col·labora àmpliament amb la resta de Comunitats Autònomes de l'Estat, i amb la Unió Europea.

La normativa de referència aplicable al contingut de metalls, és entre d'altres:

- Directiva 2002/32/CE del Parlament Europeu i del Consell, de 7 de maig de 2002, sobre substàncies indesitjables en l'alimentació animal, que fixa límits màxims dels metalls pesants As, Cd i Pb.
- Reglament (UE) 2023/915 de la Comissió, de 25 d'abril de 2023, relatiu als límits màxims de determinats contaminants en els aliments.
- Reglament (CE) 479/2006 de la Comissió, de 23 de març de 2006, relatiu a l'autorització de determinats additius pertanyents al grup de compostos d'oligoelements.

La normativa relativa als requisits tècnics dels mètodes d'anàlisi és la següent:

- Reglament d'execució (UE) 2022/2418 de la Comissió de 9 de desembre de 2022, que modifica el Reglament (CE) nº 333/2007 respecte als mètodes d'anàlisi per al control del nivells d'elements traça i dels contaminants de procés en els productes alimentosos.

El conjunt del treball del Laboratori Agroalimentari es du a terme d'acord amb els requisits tècnics i definits en la norma internacional UNE-EN ISO/IEC 17025.

El Laboratori Agroalimentari està acreditat per ENAC (*Entidad Nacional de Acreditación*), per a la realització d'anàlisis químiques en productes agroalimentaris, en l'abast definit en l'expedient d'acreditació 157/LE309r45. Entre altres assaigs, està acreditat específicament per a l'anàlisi dels següents elements:

- As, Cd, Pb en pinsos compostos, matèries primeres, additius i premescles, destinats a la preparació de pinsos. El contingut dels analits va de µg/kg a mg/kg.
- Co, Cu, Fe, Mn, Zn en pinsos compostos, matèries primeres, additius i premescles, destinats a la preparació de pinsos. El contingut dels analits va de mg/kg a % P/P.



- Ca, Mg, Na, P en pinsos compostos, matèries primeres, additius i premescles, destinats a la preparació de pinsos, amb un contingut de %.
- As, Cd, Pb, Cr, Ni, Cu, Mn, Zn en peix i productes de la pesca. El contingut dels analits va de µg/kg a mg/kg.

Sense estar acreditat, també analitza:

- Metalls en matrius destinades a l'alimentació humana. El contingut dels analits va de µg/kg a mg/kg a %, depenent dels elements.
- Metalls en altres matrius agràries, com fertilitzants, sòls i aigües de reg, K en materials vegetals. El contingut dels analits va de µg/kg a mg/kg a %, depenent dels elements.

La quantificació dels metalls es fa amb un ICP-AES i/o un ICP-MS. Per a la quantificació dels metalls, és necessari l'eliminació prèvia de la matèria orgànica de la mostra, i de tot allò que retengui els metalls, per tal de tenir-los en una solució àcida. El sistema habitual d'eliminació de la matèria orgànica, és la via humida, i en concret la digestió per microones.

El Laboratori Agroalimentari disposa en l'actualitat d'un digestor per microones de la marca Milestone model UltraCLAVE IV, instal·lat el 14/12/2009, de tecnologia de «Cambra de Reacció Única (SRC)». La antiguitat de l'UltraCLAVE IV del LAC, fa que estigui exclòs del servei tècnic garantit. Per tant, Metrohm no garanteix la resolució de les avaries que es puguin produir. Així doncs, en cas d'avaria, el laboratori està en risc de quedar-se sense aquest mitjà instrumental, imprescindible per poder donar resposta a les necessitats analítiques del control d'oficial de metalls.

Per l'anteriorment exposat, es proposa la compra d'un microones d'alt rendiment amb cambra de reacció única model UltraCLAVE V, específic per al tractament de tot tipus de mostres al laboratori en operacions prèvies a la quantificació.

2. Objecte del contracte

L'objecte del contracte és el subministrament i instal·lació d'un microones d'alt rendiment amb cambra de reacció única model UltraCLAVE V, específic per al tractament de tot tipus de mostres al laboratori en operacions prèvies a l'anàlisi.

3. Components del subministrament:

1. Hardware.
2. Sensors de temperatura i pressió.
3. Terminal de control i software.
4. Gradetes i vials.
5. Altres funcionalitats que ha de tenir l'equip a adquirir.

4. Característiques tècniques del subministrament:

4.1 Hardware:



L'equip ha de tenir:

- Microones d'Alta Capacitat amb Cambra de Reacció Única (SRC) de 4.200 ml en acer inoxidable i vas intern de TFM de 3.500 ml.
- Vas intern de TFM d'una sola peça, sense orificis ni fenedures, que garanteixi la seva integritat.
- Tapa del reactor amb entrada i sortida de gas individualitzades, per assegurar una atmosfera inert.
- Sistema d'obertura i tancament de tapa i reactor totalment automatitzat, amb baixada i elevació vertical, assegurat mitjançant abraçadores d'acer inoxidable amb doble ancoratge i passador de seguretat automàtic. No ha de ser necessària cap operació manual per part de l'usuari.
- Sistema automàtic de càrrega de gas (nitrogen), controlat pel programari de l'equip, que permeti l'aprofitament del compressor de l'antic digestor UltraCLAVE IV.
- Sensors de posició per assegurar la correcta posició de la tapa i les abraçadores, durant l'obertura i tancament automàtics.
- Escalfament mitjançant microones (1.200 W), que garanteixi un procés ràpid i homogeni amb un menor cost energètic.
- Cavitat de microones optimitzada per a una distribució homogènia i uniforme de les microones, i la màxima eficiència d'escalfament, sense necessitat de rotar les mostres.
- Sistema d'extracció (110 m³/h) amb preses d'aspiració i pantalla de protecció, amb baixada i elevació automàtiques, per retirar els vapors àcids durant l'obertura del reactor.
- Pantalla de protecció acrílica amb mecanisme pneumàtic, per mantenir protegit l'usuari i permetre un accés còmode a les mostres, mantenint un flux d'extracció adequat.
- Sistema de detecció i test de fuites, mitjançant accionament manual al frontal de l'equip.
- Sistema de refredament mitjançant recirculació d'aigua, que mantingui les parets exteriors del reactor a baixa temperatura. S'ha de poder aprofitar el recirculador de l'antic digestor UltraCLAVE IV.
- Camisa del reactor d'acer dotada d'una electrovàlvula per al control automàtic de la temperatura.
- Electrovàlvula de precisió per pressuritzar i despressuritzar de manera automàtica i controlada la càmera de reacció. Selecció de la velocitat entre 1 bar/min i 15 bar/min mitjançant programari. Vàlvula de seguretat per a l'alliberament de la pressió de forma manual en cas d'interrupció del subministrament elèctric.
- Manòmetre analògic per mostrar la pressió interna independentment del subministrament elèctric.
- Mecanisme de seguretat per a l'alliberament de la pressió interna en cas de superar els 199 bar (el reactor ha d'estar testat a 330 bar).
- Indicador il·luminat amb codi de colors per mostrar l'estat: escalfament, refredament, en espera, etc.

Altres:

- Cap part de l'equip ha de ser susceptible de risc per contacte tèrmic. El seu disseny estructural i l'eficiència del sistema de refredament ho han de garantir.
- Cap part de l'equip ha de ser susceptible de risc per atrapament. Els sensors de posició i el mecanisme de baixada i elevació ho han de garantir.

4.2 Sensors de temperatura i de pressió:

- El sistema ha de comptar amb 4 sensors de temperatura integrats, per monitoritzar directament: mostres, reactor, magnetró i antena.



- La mesura i el control de la temperatura s'han de realitzar directament a l'interior del vas de reacció, en contacte directe amb la solució que conté les mostres, mitjançant un termopar que es trobi protegit per una funda de tàntal.
- La camisa d'acer del reactor, ha d'incorporar el seu propi sensor de temperatura, per garantir que aquest roman a la temperatura que fixi l'usuari i que habitualment serà de 45 °C.
- Tant el magnetró com l'antena, han de disposar del seu propi sensor de temperatura per controlar el rendiment del sistema de generació de microones.
- Els termopars integrats han de ser del tipus K (cromel–alumel) amb una precisió de $\pm 1^\circ\text{C}$ en tot el seu rang i una sensibilitat de $41 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ (mesura lineal de 0°C fins a 1.100°C d'acord amb DIN IEC 584-1).
- La mesura i el control de la pressió s'han de realitzar directament a l'interior del vas de reacció, mitjançant un transductor teflonat, amb doble indicador: analògic i digital.
- El sensor de pressió integrat ha de tenir una precisió lineal de ± 1 bar en tot l'interval de mesura (1 bar fins a 300 bar).

4.3 Terminal de control i software:

- Controlador de pantalla tàctil: SVGA 800x600 12,1" 64.000 colors
- 5 ports USB per a connexió de memòria externa, ratolí, lector de codi de barres i impressora.
- 1 port LAN per a exportació de dades a LIMS, i control remot de l'equip.
- 1 port RS-232 que permeti la connexió d'una balança analítica.
- Terminal separat de la cavitat en compliment de la Directiva 2013/35/UE i directament connectat a l'equip (no ha de dependre d'una LAN).
- Programari easyWAVE, guiat mitjançant icones i amb múltiples idiomes disponibles.
- Llibreria d'aplicacions que inclogui mètodes oficials EPA i ASTM.
- El programari easyWAVE ha de complir els requeriments del CFR 21, part 11.
- Tot el procés ha de quedar documentat segons els més alts estàndards de qualitat (GLPs, ISO9000, TQM).
- Ha de permetre la generació automàtica d'etiquetes identificatives per a les mostres (text i codi QR) i la impressió directa des de l'equip.
- Ha de permetre crear documents en format pdf amb tota la informació relacionada amb el procés (gràfiques, identificació de mostres, pes, reactius, etc.).

4.4 Gradetes i vials:

- Les gradetes han d'estar fabricades en PTFE-TFM.
- Les gradetes han de tenir capacitat per a diferent nombre de vials (3, 6, 8, 15, 25, 40 i 77) amb volums que vagin des de 6 ml fins a 300 ml.
- Amb el subministrament s'inclourà:
 - 15 vials de quars de Ø30 mm. x 70 mm. amb tap també de quars.
 - 1 rack de 15 posicions per als vials.
 - 1 porta-mostres també de 15 posicions numerat.

5. Altres funcionalitats que ha de tenir l'equip:

- L'equip ha de permetre treballar fins a 199 bar i 300°C amb total seguretat. La pressió i la temperatura es controlaran directament mitjançant sensors integrats.
- Ha de permetre la pressurització prèvia de la cambra de reacció amb N_2 o Ar, que eviti la contaminació creuada amb l'ebullició dels reactius.
- La pressurització del sistema s'ha de realitzar automàticament i amb el mínim consum de gas, ja que la pressió de càrrega s'ha de poder seleccionar entre 25 i 110 bar.



- Ha de permetre la despressurització automàtica a velocitat i temperatura seleccionable per l'usuari.
- Ha de tenir condicions idèntiques de pressió i temperatura en totes les mostres i monitoritzades mitjançant sensors en contacte directe (temperatura i pressió)
- Les condicions de reacció s'han de poder modificar durant el procés de digestió sense haver d'aturar el cicle de digestió.
- Ha de tenir capacitat de digerir simultàniament 15 mostres diferents complexes, com liofilitzats de marisc, amb un pes d'1g i amb diferents reactius i volums.
- Ha de permetre digerir fins a 100 grams de mostra en un sol cicle.
- El sistema ha de ser totalment automatitzat i controlat mitjançant un terminal, que permeti a l'usuari el monitoratge complet del procés i els elements del sistema, així com el registre de dades.
- El sensor de temperatura de les mostres ha de ser extraïble per al seu calibratge extern.
- No ha de caldre calibrar el sistema de tancament tapa-reactor d'acer inoxidable, ja que no ha d'estar sotmès a cap cicle de calor.
- La guia d'ones ha d'estar situada al fons del reactor, per impedir qualsevol tipus d'interferència amb el líquid de refrigeració (fins i tot amb líquids "transparents" a les microones) i garantir una densitat d'energia òptima i sense variacions.
- Els vials han d'estar en contacte amb una càrrega base d'aigua, que homogeneïtzi la temperatura i dissipï la calor produïda en reaccions exotèrmiques.

6. Millores analítiques que ha d'aportar l'equip:

- Amb el sistema de control de temperatura a la cambra de reacció, el sistema ha de permetre digerir mostres orgàniques, amb el mínim volum d'àcid estequiomètricament necessari, cosa que reduirà enormement l'acidesa de la dissolució digerida, permetent, sense cap tipus de tractament ni manipulació, la posterior anàlisi de cations mitjançant cromatografia iònica.
- Les condicions d'alta temperatura en la digestió, sense limitacions de pressió fins a 199 bar, han de reduir significativament el contingut de carboni orgànic residual en la dissolució digerida, millorant els límits de detecció i eliminant interferències en l'anàlisi, així com els problemes derivats que altres sistemes presenten per als ICP.
- Els vials emprats seran compatibles amb les gradetes dels mostrejadors, reduint la manipulació i, per tant, errors associats, a més de millorar el rendiment en el treball rutinari.
- Serà possible realitzar digestions de matèria orgànica emprant únicament peròxid d'hidrogen, per eliminar per complet l'ús d'àcids (*Microwave-assisted wet digestion with H₂O₂ at high temperature and pressure using single reaction chamber for elemental determination in milk powder by ICP-OES and ICP-MS. Edson I. Muller,* Juliana P. Souza, Cristiano C. Muller, Aline L.H. Muller, Paola A. Mello, Cesar A. Bizzi*).

7. Conformitat amb regles i directives:

- EN 61010-1:2001 Requisits de seguretat d'equips elèctrics de mesura, control i ús en laboratori.
- EN 61326-1:1998 Requisits de compatibilitat electromagnètica d'equips elèctrics de mesura, control i ús en laboratori.
- EN 61000-3-2:2005 Compatibilitat electromagnètica. Límits per a les emissions de corrent harmònic
- EN 61000-3-3 +A1:2002 Limitació de les variacions de tensió, fluctuacions de tensió i flicker en xarxes de baixa tensió
- 2006/95/CE Directiva de baixa tensió
- 2004/108/CE Directiva de compatibilitat electromagnètica



- 2013/35/UE Directiva sobre disposicions de salut i seguretat relatives a l'exposició dels treballadors als riscos derivats d'agents físics (camps electromagnètics)
- AD2000 Requisits de seguretat per a equips de pressió

8. Instal·lació

- Tots els components inclosos en aquest subministrament s'han d'instal·lar en el servei al Laboratori Agroalimentari.
- L'equip s'instal·larà a la planta 3 de l'edifici, laboratori P3L2. L'adjudicatari haurà de proporcionar els mitjans necessaris per ubicar l'equipament en l'esmentada planta.
- La instal·lació no es considerarà complerta fins assolir especificacions tècniques i la posta a punt de les aplicacions de digestió conforme a les mostres del Laboratori.
- El licitador haurà de realitzar les proves de rendiment necessàries per verificar el compliment de les especificacions tècniques i els criteris d'acceptació establerts pel fabricant sota la supervisió del personal del LAC.
- L'adjudicatari haurà de retirar tot l'embalatge que porti el subministrament.
- L'adjudicatari haurà de retirar l'equip UltraCLAVE IV, de Milestone amb nº1487, que haurà de ser substituït pel nou UltraCLAVE V.

9. Formació

El subministrament inclourà formació en l'ús i maneig de l'equip, i en la posta a punt de les aplicacions. La formació serà presencial en les instal·lacions del Laboratori Agroalimentari.

Queda inclòs un servei de consultoria fins els 12 mesos després de la instal·lació, amb la finalitat d'optimitzar els mètodes implementats fins la data, així com el disseny de la posada a punt de noves aplicacions segons necessitats.

10. Garantia

La garantia de l'equip ha de ser com a mínim de dotze mesos a partir de la data de posada en funcionament de l'equip i ha de cobrir:

- Visita de manteniment preventiu al finalitzar el primer any.
- Peces.
- Desplaçaments.
- Mà d'obra.
- Suport telefònic de maquinari.
- Suport telefònic de programari.

11. Lloc de lliurament de l'equip

Els components hauran de ser lliurats a les dependències del servei de Laboratori Agroalimentari, ubicat al c/ camí de Mataró nº 1, 08348 de Cabrils.



9. Termini de lliurament

Tres mesos des de la formalització del contracte.

10. Posada en funcionament

L'equip es considerarà instal·lat i posat en funcionament, un cop efectuada la comprovació del correcte funcionament de l'equip, amb mostres de rutina, en algun dels mètodes adaptats.

Joan Gòdia i Tresàncez

Director General d'Empreses Agroalimentàries, Qualitat i Gastronomia