

INFORME DE COMPUESTOS ORGÁNICOS SEGÚN NORMA EN 15768:2012

30/04/14

Realizado por Beatriz Alvarez Monllor
Analista Sección Cromatografía



Revisado por Julio Llorca Pórcel
Jefe Departamento de Cromatografía



LABORATORIO DE ANÁLISIS

LABAQUA, S.A.
C/DRACMA, 16-18, POLÍGONO INDUSTRIAL LAS ATALAYAS
03114 ALICANTE

LABORATORIO DONDE SE HA REALIZADO LA MIGRACIÓN

LABAQUA, S.A.
C/DRACMA, 16-18, POLÍGONO INDUSTRIAL LAS ATALAYAS
03114 ALICANTE

DATOS CLIENTE Y MUESTRAS ANALIZADAS

CLIENTE: KOMSOL HISPANIA, S.L.
DIRECCIÓN: Avda. Escandinavia, 63, buzón 122.
CÓDIGO POSTAL Y POBLACIÓN: 03130-Santa Pola

DENOMINACIÓN DE LAS MUESTRAS:

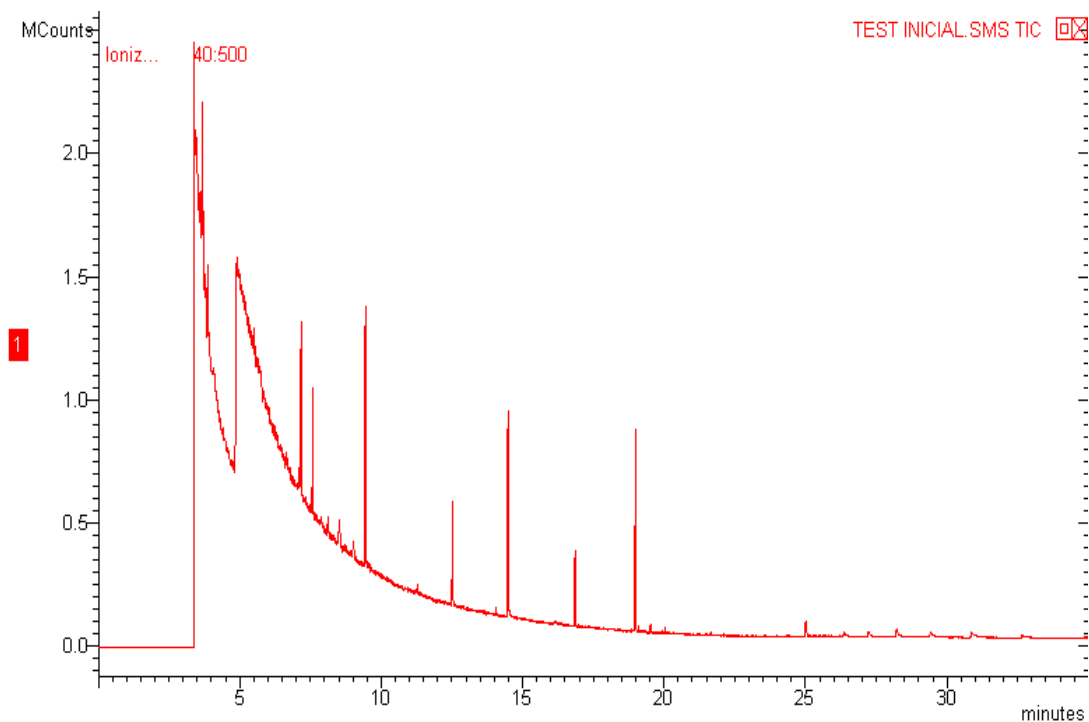
2221562: Muestra migración.
2221563: Blanco migración.

FECHA DE RECEPCIÓN: 25/04/2014.

1) ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS

El extracto obtenido se analizó mediante cromatografía de gases acoplada a un detector de masas (HRGC-MS). Para ello, se empleó un cromatógrafo Varian CP-3800 y un detector de masas de trampa de iones por impacto electrónico Varian Saturno-2200.

2) CROMATOGRAMA SOLUCIÓN TEST SISTEMA CROMATOGRÁFICO.



3) FACTOR DE ASIMETRÍA, A_s .

	naftaleno-d8	fenol-d5
A_s	1.4	1.0

Rango de aceptación = [0.6-2]

4) RENDIMIENTO DEL SISTEMA CROMATOGRÁFICO EN LA SESIÓN DE TRABAJO.

MUESTRAS ANALIZADAS	RENDIMIENTO EN UNA SESIÓN DE TRABAJO (%)		
	NAFTALENO-D8	FENANTRENO-D10	ESCUALANO-D62
2221562	26	76	50
2221563	22	61	53

5) LÍMITE DE DETECCIÓN DE LOS PATRONES INTERNOS DEUTERADOS EN LOS EXTRACTOS ANALIZADOS.

Nº muestra=2221562	Relación s/n	Concentración (µg/L)	Limite detección (s/n=3) (µg/L)
Clorobenceno-D5	9	4	1.3
p-Xileno-d10	8	2	0.8
Fenol-d5	54	16	0.9
Naftaleno-d8	52	2	0.1
1-Metilnaftaleno-d10	19	10	1.6
2,4-Dibromofenol	278	16	0.2
Hexadecano-d34	30	2	0.2
Fenantreno-d10	193	4	0.06
Escualano-d62	32	4	0.4

Nº muestra=2221563	Relación s/n	Concentración (µg/L)	Limite detección (s/n=3) (µg/L)
Clorobenceno-D5	8	4	1.5
p-Xileno-d10	9	2	0.7
Fenol-d5	127	16	0.4
Naftaleno-d8	114	2	0.05
1-Metilnaftaleno-d10	32	10	0.9
2,4-Dibromofenol	524	16	0.1
Hexadecano-d34	40	2	0.2
Fenantreno-d10	318	4	0.04
Escualano-d62	20	4	0.6

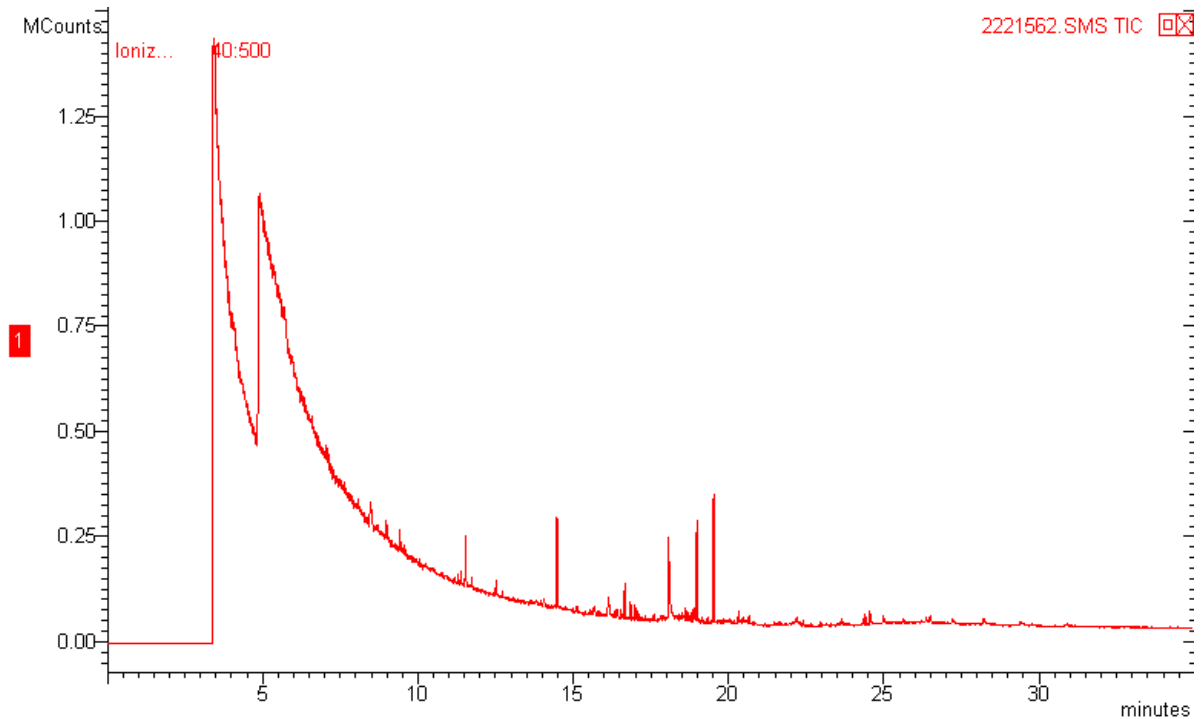
6) CALIBRACIÓN DEL SISTEMA GC-MS. AUTOTUNE.

08:16:32 Auto Tune: Started
08:16:32 Air/Water Check: Started
08:17:04 Air Check: Acceptable Level Found (28 Width: 0.8 m/z)
08:17:04 Water Check: Moderate Level Found (19/18 Ratio: 25.1 %)
08:17:04 Air/Water Check: Completed - Problems Found
08:17:04 Auto Tune: Completed
08:17:38 Auto Tune: Started
08:17:38 Integrator Zero Set: Started
08:17:40 AveCounts: 0.28 (Low) - CurAdjDAC: 128 - NextInc: 64
08:17:41 AveCounts: 1.99 (High) - CurAdjDAC: 192 - NextInc: -32
08:17:42 AveCounts: 1.03 (High) - CurAdjDAC: 160 - NextInc: -16
08:17:43 AveCounts: 0.95 (High) - CurAdjDAC: 144 - NextInc: -8
08:17:44 AveCounts: 0.79 (High) - CurAdjDAC: 136 - NextInc: -4
08:17:45 AveCounts: 0.56 (High) - CurAdjDAC: 132 - NextInc: -2
08:17:46 AveCounts: 0.38 (Low) - CurAdjDAC: 130 - NextInc: 1
08:17:48 Integrator Zero Set: Setting is OK (Setting: 131, Average Counts: 0.45)
08:17:48 Integrator Zero Set: Completed
08:17:48 Electron Multiplier: Started
08:17:50 Electron Multiplier: Offset Determined (Offset: 1 Count(s))
08:18:08 Electron Multiplier: Pre-Adjustment Successful (EM Voltage: 1600)
08:22:58 Electron Multiplier: Low Voltage End Found (EM Voltage: 1600)
08:25:31 Electron Multiplier: High Voltage Start Found (EM Voltage: 1900)
08:26:18 Electron Multiplier: Space Charge Adjusted (Target: 35431, Val/Iso: 0.28)
08:26:24 Electron Multiplier: Peak Threshold Met (Inten: 1685 counts)
08:26:24 Electron Multiplier: 10⁵ Gain setting is OK (EM Voltage: 1750)
08:26:24 Electron Multiplier: Final Gain setting is OK (EM Voltage: 1750)
08:26:24 Electron Multiplier: Completed
08:26:24 Auto Tune: Completed
08:29:55 Auto Tune: Started
08:29:55 RF Full Scale Adj: Started
08:30:01 Mass 69 - CurDAC: 128 - Center: 68.93 - NewDAC: 133
08:30:03 RF Full Scale Adj: Centered on Mass 69 at 68.93 (Setting: 133)
08:30:06 Mass 414 - CurDAC: 133 - Center: 417.44 - NewDAC: 90
08:30:08 Mass 414 - CurDAC: 90 - Center: 413.85 - NewDAC: 91
08:30:10 RF Full Scale Adj: Centered on Mass 414 at 417.44 (Setting: 91)
08:30:12 Mass 614 - CurDAC: 91 - Center: 614.49 - NewDAC: 87
08:30:15 RF Full Scale Adj: Centered on Mass 614 at 614.49 (Setting: 87)
08:30:15 RF Full Scale Adj: Setting is OK (Setting: 87, Mass: 614, Apex: 614.0)

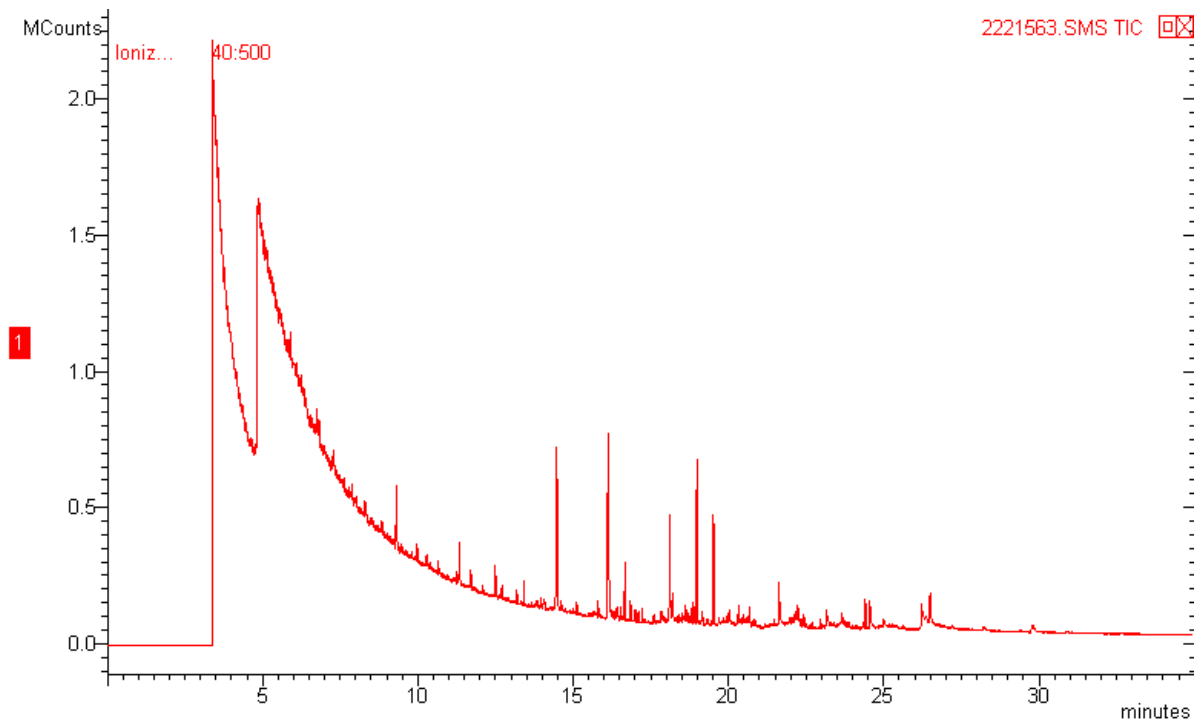
08:30:15 RF Full Scale Adj: Completed
08:30:15 Multi-Point Mass Cal: Started
08:30:22 Multi-Point Mass Cal: Found Calibration Mass 28 at 27.47
08:30:30 Multi-Point Mass Cal: Found Calibration Mass 69 at 68.40
08:30:36 Multi-Point Mass Cal: Found Calibration Mass 131 at 130.35
08:30:51 Multi-Point Mass Cal: Found Calibration Mass 264 at 263.36
08:31:15 Multi-Point Mass Cal: Found Calibration Mass 414 at 413.61
08:31:42 Multi-Point Mass Cal: Found Calibration Mass 464 at 463.66
08:32:12 Multi-Point Mass Cal: Found Calibration Mass 502 at 501.49
08:32:48 Multi-Point Mass Cal: Found Calibration Mass 614 at 614.03
08:32:48 Multi-Point Mass Cal: Calibration is OK (Slope: 6.253, Std Dev: 0.060)
08:32:48 Multi-Point Mass Cal: Completed
08:32:48 Trap Function Calib: Started
08:32:53 Trap Function Calib: Calibrating at Mass 69
08:33:31 Trap Function Calib: Calibrating at Mass 131
08:34:49 Trap Function Calib: Mass 69 Calibrated (Freq: 260.900 kHz)
08:34:49 Trap Function Calib: Mass 131 Calibrated (Freq: 257.600 kHz)
08:34:49 Trap Function Calib: Completed
08:34:49 Auto Tune: Completed

7) CROMATOGRAMA MUESTRAS EXTRAÍDAS.

Muestra 2221562



Muestra 2221563



8) RESULTADOS OBTENIDOS.

A continuación se presentan 2 tablas por muestra analizada. En la primera de ellas aparecen los resultados correspondientes a los compuestos detectados en la muestra (consta de 9 columnas) y, en la segunda, aparece la información relativa a los patrones internos añadidos a la muestra.

Los compuestos detectados e identificados se listan en el informe en orden creciente al tiempo de retención en el cromatograma, presentándose en 9 columnas, de izquierda a derecha, la siguiente información:

-En la primera columna se presenta el tiempo de retención en minutos (t_R (min)) de cada compuesto detectado.

-En la segunda, el tiempo de retención relativo al 1-metilnaftaleno-d10 (estándar de inyección). Se nombrará como t_{Rrel} (min).

-En la tercera y cuarta, respectivamente, el nombre del compuesto y la categoría (P, positivos, T, tentativos y U, desconocidos). Además, en los no identificados (U), se enumerarán los 4 iones más intensos en orden decreciente de intensidad.

-En la quinta columna aparecerá el área del pico del compuesto en TIC.

-En la sexta columna se anotará su código de identificación CAS (si aparece en espectroteca).

-En la séptima columna se indica la similitud en % (Fit) que presenta el espectro encontrado en la muestra con el de la base de datos o espectroteca NIST (utilizando los algoritmos de cálculo que realiza el software del equipo).

-En la octava columna aparece la concentración estimada de la sustancia detectada, expresada en $\mu\text{g/L}$, calculada previa corrección con el blanco de extracción.

-En la novena columna se indicará el patrón interno usado en la cuantificación del compuesto detectado.

Se adjunta a esta tabla de resultados otra donde aparecen los patrones internos utilizados en el ensayo, número asignado a cada uno de ellos para el cálculo de la concentración estimada de los compuestos encontrados, tiempo de retención, concentración de los mismos a la que se fortificó en las muestras y las áreas de pico respectivas.

Muestra número: 2221562

tR (min)	tR rel (min)	Compuesto	Categoría	Áreas pico (TIC)	CAS	Fit (%)	Concentración estimada (µg/L)	PI identificación
8.49	5.58	Cyclopentene, 1,2,3,3,4-pentamethyl-	T	189509	197390-29-7	73	16.1	2
11.53	2.53	Triethyl phosphate	T	204699	78-40-0	88	17.4	2
14.05	0.02	1,2-Benzenedicarboxylic acid	T	57191	88-99-3	80	2.4	7
18.08	4.01	2-Pyrrolidinone, 1-octadecyl-	T	492859	7425-87-8	77	5.8	9

PATRONES INTERNOS (PI)	Nº PI	tR (min)	Concentración PI (µg/L)	Áreas pico (TIC)
Benceno-d6	1	---	4	---
Clorobenceno-d5	2	7.19	4	46989
p-Xileno-d10	3	7.55	2	22439
Fenol-d5	4	9.42	16	123851
Naftaleno-d8	5	12.52	2	63965
1-Metilnaftaleno-d10	6	14.07	10	22105
2,4-Dibromofenol	7	14.48	16	385229
Hexadecano-d34	8	16.85	2	52138
Fenantreno-d10	9	18.98	4	341942
Escualano-d62	10	25.00	4	28715

Muestra número: 2221563

tR (min)	tR rel (min)	Compuesto	Categoría	Áreas pico (TIC)	CAS	Fit (%)	Concentración estimada (µg/L)	PI identificación
8.83	5.24	No Match (70/55/193/49)	U	120582	---	---	7.1	2
10.28	3.78	N-Cbz-glycylglycine p-nitrophenyl ester	T	42472	13574-81-7	80	2.5	2
10.66	3.41	2-Octenal, (E)-	T	71750	2548-87-0	79	4.2	2
11.34	2.73	1,9-Nonanediol	T	95153	3937-56-2	80	5.6	2
12.10	1.96	2-Nonenal, (E)-	T	44925	18829-56-6	80	2.7	2
13.18	0.88	3-Nonen-2-one	T	92645	14309-57-0	85	1.4	7
13.41	0.65	3-Isopropenyl-2-methylcyclohexanol	T	114517	54244-81-4	80	1.7	7
14.62	0.55	2-Undecenal	T	46700	2463-77-6	75	0.7	7
17.10	3.04	Hexadecane (C16H34)	P	10719	544-76-3	85	0.05	9
17.24	3.17	Pentadecanal	T	72239	316249	85	0.3	9
18.21	4.15	Oxirane, tetradecyl-	T	165848	7320-37-8	85	0.8	9
19.14	5.07	Oleyl Alcohol	T	72499	143-28-2	86	0.3	9
19.68	5.62	1-Eicosanol	T	58529	629-96-9	81	0.3	9
20.02	5.96	9-Eicosyne	T	116741	71899-38-2	91	0.5	9
20.33	6.26	Dibutyl phthalate	P	119701	84-74-2	84	0.6	9
20.50	6.43	1-Eicosanol	T	1088	629-96-9	72	0.01	9
20.68	6.62	2-Hexyl-1-octanol	T	105416	19780-79-1	88	0.5	9
22.23	8.17	Docosane (C22H42)	P	61857	629-97-0	84	0.3	9
22.43	8.36	17-Pentatriacontene	T	33397	6971-40-0	79	0.2	9
22.97	8.90	Tricosane (C23H48)	P	58325	638-67-5	86	0.3	9
23.66	9.60	Tetracosane (C24H50)	P	50532	646-31-1	85	0.2	9
26.22	12.16	13-Docosenamide, (Z)-	T	7472	112-84-5	78	0.03	9
26.50	12.43	trans-Squalene	T	285770	111-02-4	84	1.3	9

PATRONES INTERNOS (PI)	Nº PI	tR (min)	Concentración PI (µg/L)	Áreas pico (TIC)
Benceno-d6	1	---	4	---
Clorobenceno-d5	2	7.18	4	67656
p-Xileno-d10	3	7.62	2	41127
Fenol-d5	4	9.31	16	426991
Naftaleno-d8	5	12.49	2	175392
1-Metilnaftaleno-d10	6	14.06	10	69231
2,4-Dibromofenol	7	14.47	16	1081000
Hexadecano-d34	8	16.85	2	103267
Fenantreno-d10	9	18.98	4	865065
Escualano-d62	10	25.00	4	96122

9) INCIDENCIAS.

No cabe destacar ninguna incidencia.