

## ANÁLISIS DE POLIHALOFENOLES Y POLIHALOANISOLES

### Características técnicas de los ensayos

El Laboratorio Dolmar como laboratorio privado que realiza determinaciones de parámetros analíticos en bebidas, alimentos y aguas cuenta con un sistema de aseguramiento de la calidad conforme a la norma internacional UNE-EN-ISO/IEC 17025 validado por la organización externa ENAC (Entidad Nacional de Acreditación), desde Junio de 2010 y renovada y ampliada periódicamente

La acreditación es válida para la realización de los ensayos que figuran en el alcance de acreditación N° 812/LE1607; lo cual garantiza que el laboratorio dispone de un equipo humano cualificado, tiene un equipamiento adecuado y en condiciones óptimas de uso y métodos de trabajo apropiados gestionados con criterios de calidad, en definitiva la competencia técnica de nuestro laboratorio de ensayo.

El análisis de compuestos halogenados que realizamos en el laboratorio DOLMAR incluye todas las moléculas responsables del aroma a “corcho, moho” cloroanisoles y bromoanisoles, así como los precursores no aromáticos de estos compuestos: clorofenoles y bromofenoles. La cuantificación de las moléculas más significativas está acreditada para las matrices: vino, solución hidroalcohólica y agua.

**Tipo de analito:** Contaminantes.

#### Parámetros:

##### . Polihaloanisoles y polihalofenoles:

2, 4, 6-Tricloroanisol,	2, 4, 5-Tricloroanisol,
2, 4, 6-Tribromoanisol,	2, 4, 6-Triclorofenol,
2, 3, 4,-Triclorofenol,	2, 4, 6-Tribromofenol,
2, 3, 5, 6-Tetracloroanisol,	2, 3, 4, 5-Tetracloroanisol,
2, 3, 4, 6-Tetracloroanisol,	*2, 3, 5, 6-Tetraclorofenol,
*2, 3, 4, 5-Tetraclorofenol,	*2, 3, 4, 6-Tetraclorofenol,
Pentacloroanisol y	*Pentaclorofenol

#### Características del análisis:

Técnica: Cromatografía de gases con detector de masas-masas y microextracción en fase sólida (CG-MS/MS/HS-SPME).

La extracción de estos aromas mediante SPME (fibras) tiene una serie de ventajas:

- . elimina en gran medida el efecto matriz, pudiéndose utilizar matrices sólidas o líquidas;
- . minimiza la manipulación de las muestras,
- . no precisa el uso de disolventes orgánicos y
- . la eficacia de la extracción y concentración es muy elevada antes de su análisis por cromatografía.

El uso de un detector de masas/masas permite diferenciar compuestos por la transición de la ruptura iónica y su abundancia relativa, consiguiendo gracias a la combinación de la separación

Los ensayos marcados con \* no están amparados por la acreditación de ENAC

cromatográfica y a la diferenciación de las masas obtener una gran resolución y una detección a niveles de concentración muy bajos, separando compuestos que con otros detectores son imposibles de diferenciar en caso de que se encuentren juntos en la misma muestra, pudiéndose dar en ese caso falsos positivos, y esto no sucede con la metodología empleada por Dolmar.

Estos análisis conllevan la realización de rectas con patrones de concentración conocida para cada secuencia de análisis y la introducción de varios puntos de control con materiales de referencia para confirmar el buen funcionamiento del método.

Periódicamente se participa en ejercicios intercomparativos con otros laboratorios europeos para comprobar la correlación de los resultados de nuestro laboratorio en este ensayo.

**Niveles de detección:** gracias a la extracción por fibras y el uso de detectores MS/MS, los niveles de detección son muy bajos del orden de 0,5 ng/l (ppt: partes por trillón).

**Incertidumbre del método:** En la validación del método se ha estimado la siguiente incertidumbre expandida calculada con un factor de cobertura  $k=2$  que, para una distribución normal, proporciona un intervalo de confianza del 95%:

Molécula	Incertidumbre expandida (U)	Molécula	Incertidumbre Expandida (U)
2, 4, 6-Tricloroanisol	20%	2, 3, 5, 6-Tetracloroanisol	20%
2, 4, 6-Tribromoanisol	20%	2, 3, 4, 5-Tetracloroanisol	20%
2, 4, 5-Tricloroanisol	20%	2, 3, 4, 6-Tetracloroanisol	20%
2, 4, 6-Triclorofenol	30%	2, 3, 4, 5-Tetraclorofenol*	30%
2, 3, 4,-Triclorofenol	30%	2, 3, 5, 6-Tetraclorofenol*	30%
2, 4, 6-Tribromofenol	30%	2, 3, 4, 6-Tetraclorofenol*	30%
Pentaclorofenol*	30%	Pentacloroanisol	30%
Pentabromofenol*	30%		

**Matrices de análisis:** Se analizan polihaloanisolos y polihalofenoles totales en vino, agua, solución hidroalcohólica; y transferibles en corchos, en maderas y en ambiente. La acreditación incluye las matrices vino, agua y solución hidroalcohólica.

**Normativa aplicable:** OIV – *Compendio de los métodos internacionales de análisis de los vinos y de los mostos*: Determinación de la presencia y contenido de policlorofenoles y policloroanisolos en vinos, tapones de corcho, madera y bentonitas usadas como trampas atmosféricas (Resolution OIV-Oeno 374/2009).

Norma UNE 56930:2005 para la determinación del 2, 4, 6-tricloroanisol (TCA) transferible.

El desarrollo profesional a lo largo de los años de trabajo de nuestro laboratorio es una garantía de su competencia técnica, además de contar con un código de conducta que garantiza la confidencialidad y seguridad de todos nuestros análisis.

Enero de 2020