



Escuela de
Ingeniería y Arquitectura
Universidad Zaragoza



Grupo GUIA, Departamento Química Analítica

Ensayos sobre resinas

FONTANERÍA SIN OBRAS

14 de mayo de 2019

Prof. Dra. Cristina Nerín de la Puerta

Grupo GUIA

I3A, EINA, UNIVERSIDAD DE ZARAGOZA

INTRODUCCIÓN

El objetivo de los ensayos realizados es realizar un estudio de migración específica de la resina epoxi de dos componentes una vez curada a agua con cloro (10mg/L de cloro libre).

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se reciben muestras de catalizador y resina para proceder al curado por mezcla al 50% de ambos componentes, según instrucciones del cliente.

La identificación de las muestras es la siguiente:

S28 ORDE-POX ALIMENTARIO AC BLANCO

S28 CATALIZADOR ORDE-POX ALIMENTARIO AC

Una vez realizada la mezcla de componentes, se procede a recubrir la cara interna de diferentes viales, posterior secado y llenado con la disolución anteriormente descrita. Las muestras se ensayaron en condiciones de alta temperatura (90°C durante 24 horas) para simular recirculación del agua en la tubería.

ANÁLISIS DE COMPUESTOS VOLÁTILES POR GC-MS

Las condiciones de análisis se muestran en la siguiente tabla:

Condiciones instrumentales		
Método analítico	SPME-GC-MS	
Columna	HP-5MS (30m x 0.25mm diámetro x 0.25 µm espesor interno)	
Programación de temperatura	40 °C(5min) // 10°C/min // 300°C(5min)	
Flujo del gas helio	1.0 mL/min	
Inyección a 250 °C	1 µL en modo Splitless	SPME por inmersión Fibra: /PDMS, 100µm (polidimetilsiloxano) Pre-calentamiento muestra: 2 min Extracción a 50 °C por 15 min
Solvent delay	0 min	

Grupo GUIA, Departamento Química Analítica

Detección	Modo SCAN (Identificación de compuestos): 40-650 amu Modo SIM (Cuantificación de compuestos): Se seleccionaron los iones más abundantes de cada compuesto
-----------	--

La identificación de los compuestos volátiles de los ensayos de migración se llevó a cabo en un cromatógrafo de gases GC 6890N acoplado a un detector de masas 5975 (Agilent) y por método SCAN con un barrido de m/z desde 40 a 650 uma

Se han seguido los siguientes pasos para la identificación:

En el caso de micro-extracción por SPME, se ha comparado con sus respectivos blancos que han sido sometidos a las mismas condiciones de tiempo y temperatura de los ensayos de migración.

Se ha dado por buena la identificación cuando la comparación de los espectros con los espectros de la biblioteca NIST y WILEY daba un Match (similitud) superior a 60 en algunos casos y superior a 80 mayoritariamente.

Para la cuantificación de los compuestos detectados se realizaron rectas de calibración con los estándares de dichos compuestos.

La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos en el análisis de compuestos volátiles:

Compuesto (CAS)	Resultado mg/Kg	LODs mg/Kg	EU/10/2011 mg/Kg
Alcohol bencílico (100-51-6)	1.2	0.1	Autorizado. Sin SML (Se aplica el límite de 60 mg/Kg)

ANÁLISIS DE COMPUESTOS NO VOLÁTILES POR UPLC-MS-QTOF

La identificación de los migrantes se llevó a cabo en un equipo de UPLC-MS (QTOF) siguiendo los siguientes pasos:

Grupo GUIA, Departamento Química Analítica

- ✓ Comparación de cromatogramas de blanco de migración y muestras de migración y detección de picos correspondiente a migrantes.
- ✓ Determinación de la fórmula molecular.
- ✓ Búsqueda en bases de datos de posibles estructuras para dicha fórmula
- ✓ Comprobación mediante la herramienta MassFragment® de la correspondencia de la estructura propuesta y el espectro de masas del migrante.
- ✓ En caso de disponer del patrón comercial, inyección del patrón y confirmación de tiempo de retención y espectro de masas.

La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos en el análisis de compuestos no volátiles:

Compuesto (CAS)	Agua	LODs mg/Kg	EU/10/2011 mg/Kg
Bisfenol A (80-05-7)	N.D	0.01	0.05
BADGE (1675-54-3)	0.09	0.2	9*
BADGE.H2O (76002-91-0)	0.05	0.2	9*
BADGE.2H2O (005581-32-8)	1.2	0.2	9*
2,6 Diaminotolueno (823-40-5)	N.D	0.01	0.01
Anilina (62-53-3)	N.D	0.001	0.01
2,4 Diaminotolueno (95-80-7)	N.D	0.001	0.01
2,4 Dimetilánilina (95-68-1)	N.D	0.001	0.01
2,6 Dimetilánilina (87-62-7)	N.D	0.001	0.01
4,4 Metilendianilina (101-77-9)	N.D	0.001	0.01
N,N-Bis(2- hidroxietil)alquil (C8-C18)amina	N.D	0.1	1.2

* La suma de los niveles de migración de las siguientes sustancias (BADGE, BADGE.H2O, BADGE.2H2O) no superior a 9mg/Kg simulante o alimento.

LOD= límite de detección

ND: No detectable por encima del LOD



CONCLUSIONES

La resina ensayada, una vez curada, cumple con la legislación de material para contacto con alimentos.

Zaragoza, 14 de mayo de 2019

Prof. Dra. Cristina Nerín
Catedrática de Universidad en Química Analítica
Directora del Grupo GUIA
Instituto de Investigación en Ingeniería de Aragón (I3A)
Escuela de Ingeniería y Arquitectura (EINA)
Depto. de Química Analítica
Universidad de Zaragoza