



SECRETARÍA DE
MEDIO AMBIENTE Y
RECURSOS NATURALES



Implementación de metodologías por cromatografía de gases para compuestos orgánicos persistentes y disruptores endocrinos. Volumen dos.

INFORME FINAL

PROYECTO TC0904.1

**Manuel Sánchez Z.
Martha Avilés F.
Luis A. González E.
2009**



SECRETARÍA DE
MEDIO AMBIENTE Y
RECURSOS NATURALES



Implementación de metodologías por cromatografía de gases para compuestos orgánicos persistentes y disruptores endocrinos. Volumen dos.

RESUMEN

Los contaminantes orgánicos persistentes (COP's) poseen propiedades tóxicas, son resistentes a la degradación, se bioacumulan y son transportados por el aire, el agua y las especies migratorias a través de las fronteras internacionales; en consecuencia se depositan lejos del lugar de su liberación, acumulándose en ecosistemas terrestres y acuáticos. Para atender a esta problemática a nivel mundial se firmó el 23 de mayo de 2001 el Convenio de Estocolmo. Aunque por ahora los COP's están prohibidos en la mayoría de los países, todavía existen en el mundo muchos sitios contaminados con estas sustancias.

El objetivo de este estudio fue implementar y validar un método analítico mediante cromatografía de gases/masas para la cuantificación de siete compuestos orgánicos persistentes, hexaclorobenceno, heptacloro, aldrín, clordano, DDT, endrín y dieldrín. Los resultados obtenidos de la validación del método indicaron que éste es lineal, con un coeficiente de correlación promedio de 0.985, presentó buena repetibilidad, reproducibilidad y exactitud en el intervalo de concentraciones estudiadas.



SECRETARÍA DE
MEDIO AMBIENTE Y
RECURSOS NATURALES



Índice

	Pág.
Resumen.....	i
1. Generalidades.....	1
1.1 Contaminantes ambientales.....	1
1.2 Contaminantes físicos.....	1
1.3 Contaminantes químicos.....	2
1.4 Contaminantes orgánicos.....	2
1.5 Propiedades y peligros de contaminantes del agua.....	2
1.6 Contaminantes orgánicos persistentes.....	3
1.7 Disruptores endocrinos.....	5
2 Metodología.....	7
Resultados.....	7
2.1 Implementación.....	8
2.1.1 Condiciones analíticas del método cromatográfico.....	8
2.2 Validación del método.....	9
2.2.1 Parámetros de validación.....	10
2.2.1.1 Linealidad.....	10
2.3-1.2 Precisión.....	10
2.3.1.3 Exactitud.....	10
2.3.1.4 Límites de detección y cuantificación.....	10
3 Discusión de Resultados.....	11
3.1 Linealidad.....	11
3.2 Precisión.....	12
3.3 Exactitud.....	13
3.4 Sesgo.....	14
3.5 Límite de detección y cuantificación.....	14
4 Conclusiones.....	17
5 Bibliografía.....	18



Índice de tablas

	Pág.
Tabla 1 Condiciones cromatográficas.....	9
Tabla 2 Condiciones de trampa iónica.....	9
Tabla 3 Coeficientes de correlación lineal.....	11
Tabla 4 Repetibilidad (%) y Reproducibilidad (CV)	12
Tabla 5 Resultados de Exactitud.....	13
Tabla 6 Límites de detección y límites de cuantificación (COP's).....	14



SECRETARÍA DE
MEDIO AMBIENTE Y
RECURSOS NATURALES



Índice de gráficas

	Pág.
Gráfica 1 Linealidad de compuestos orgánicos persistentes.....	11
Gráfica 2 Precisión método analítico.....	12
Gráfica 3 Porcentajes de recuperación.....	13
Gráfica 4 Comportamiento de precisión vs sesgo.....	14
Gráfica 5 Límite de detección y cuantificación.....	15
Gráfica 6 Comportamiento de límites de cuantificación vs..... NOM 127SSA1	16

1 GENERALIDADES

1.1 Contaminantes ambientales

De acuerdo con la definición de contaminante, se considera que se genera contaminación en el agua por la adición de cualquier sustancia en cantidad suficiente para que cause efectos dañinos mensurables en la flora, la fauna (incluido el humano) o en los materiales de utilidad u ornamentales.

Por otra parte, se entiende por contaminación: la presencia en el medio ambiente de uno o más contaminantes, o cualquiera combinación de ellos, que perjudiquen o molesten la vida, salud y el bienestar humanos, flora y fauna, o degraden la calidad del aire, del agua, de la tierra, de los bienes, de los recursos de la nación en general o de particulares.

El problema de la contaminación es múltiple y se presenta en formas muy diversas, con asociaciones y sinergismos difíciles de prever. Pero las principales consecuencias biológicas de las contaminaciones derivan de sus efectos ecológicos. En general, se habla de cuatro tipos básicos de contaminación: contaminaciones físicas (ruidos, infrasonidos, térmica y radioisótopos), químicas (hidrocarburos, detergentes, plásticos, pesticidas, metales pesados, derivados del azufre y del nitrógeno), biológicas (bacterias, hongos, virus, parásitos mayores, introducción de animales y vegetales de otras zonas) y por elementos que dañan la estética (degradación del paisaje y la introducción de industrias). También se habla de contaminación atmosférica, del agua y del suelo o de la biosfera.

Para comprender las razones por las cuales es muy fácil contaminar el agua en fase líquida y vapor, pero no tan fácil contaminarla en fase sólida (hielo), se necesita tener presentes tanto sus propiedades físicas como sus propiedades químicas y biológicas. Como el agua es el medio ambiente líquido universal para la materia viva, resulta que es propensa de manera excepcional a la contaminación por organismos vivos, incluidos los que producen enfermedad en el hombre y por materia orgánica e inorgánica soluble.

Con frecuencia el sabor, el olor y el aspecto del agua indican que está contaminada, pero la presencia de contaminantes peligrosos sólo se puede detectar mediante pruebas químicas y biológicas específicas y precisas.

1.2 Contaminantes físicos. Afectan el aspecto del agua y cuando flotan o se sedimentan interfieren con la flora y fauna acuáticas. Son líquidos insolubles o sólidos de origen natural y diversos productos sintéticos que son arrojados al agua como

resultado de las actividades del hombre, así como, espumas, residuos oleaginosos y el calor (contaminación térmica).

1.3 Contaminantes químicos. Incluyen compuestos orgánicos e inorgánicos disueltos o dispersos en el agua. Los contaminantes inorgánicos son diversos productos disueltos o dispersos en el agua que provienen de descargas domésticas, agrícolas e industriales o de la erosión del suelo. Los principales son cloruros, sulfatos, nitratos y carbonatos. También desechos ácidos, alcalinos y gases tóxicos disueltos en el agua como los óxidos de azufre, de nitrógeno, amoníaco, cloro y sulfuro de hidrógeno (ácido sulfhídrico). Gran parte de estos contaminantes son liberados directamente a la atmósfera y bajan arrastrados por la lluvia. Esta lluvia ácida, tiene efectos nocivos que pueden observarse tanto en la vegetación como en edificios y monumentos de las ciudades industrializadas.

1.4 Contaminantes orgánicos

Son compuestos disueltos o dispersos en el agua que provienen de desechos domésticos, agrícolas, industriales y de la erosión del suelo. Son desechos humanos y animales, de rastros o mataderos, de procesamiento de alimentos para humanos y animales, diversos productos químicos industriales de origen natural como aceites, grasas, breas y tinturas, y diversos productos químicos sintéticos como pinturas, herbicidas, insecticidas, etc. Los contaminantes orgánicos consumen el oxígeno disuelto en el agua y afectan a la vida acuática (eutroficación).

El comportamiento de los compuestos orgánicos depende de su estructura molecular, tamaño y forma y de la presencia de grupos funcionales que son determinantes importantes de la toxicidad.

Es importante conocer la estructura de los compuestos orgánicos, con el objeto de predecir su destino en los organismos vivos y en el medio ambiente. Todos los compuestos orgánicos que son peligrosos para la salud son producidos por el hombre y sólo han existido durante el último siglo.

Entre estos compuestos están los compuestos orgánicos persistentes

1.5 Propiedades y peligros de contaminantes del agua

Muchos compuestos químicos diferentes son considerados contaminantes, desde simples iones inorgánicos hasta complejas moléculas orgánicas. Los contaminantes del agua se dividen en varias clases. Cada clase de contaminante tiene sus maneras específicas de introducirse en el medio ambiente y sus peligros específicos. Todas las clases incluyen contaminantes importantes y son conocidos por muchas personas, debido a sus diversos efectos sobre la salud.

1.6 Compuestos Orgánicos Persistentes.

Los contaminantes orgánicos persistentes (COP's) son un grupo de sustancias sintéticas de alto riesgo para la salud humana y el medio ambiente. Estas sustancias han sido encontradas alrededor del mundo, incluidas algunas zonas muy alejadas de aquella en donde se emplearon tales contaminantes, por ejemplo las zonas polares, además de poblaciones humanas e, incluso, en la leche materna (MacDonald et al., 2000; Polder et. al., 2003; She et al., 2007).

La mayoría de los COP son compuestos organoclorados. La química del cloro produce más de 11.000 compuestos organoclorados, la mayoría dañinos para las personas, los animales y el medio ambiente en general. Fue un error del desarrollo industrial, hoy con sus días contados. Los Contaminantes Orgánicos Persistentes (COP), POPs en inglés, son sustancias químicas extraordinariamente tóxicas y duraderas. Las emisiones actuales causarán cáncer y alteraciones hormonales en los próximos 1.000 años. Es necesario y posible dejar de producir este tipo de sustancias.

Entre los COP están las dioxinas y furanos, el DDT y numerosos plaguicidas y sustancias químicas de uso corriente. Los COP son sustancias tóxicas y persistentes, conocidas como COP, siglas de los contaminantes orgánicos persistentes. La definición plena de un COP, sin embargo, es algo más compleja de lo que la sigla implica. Además de ser persistentes (es decir, no se descomponen rápidamente), orgánicos (con una estructura molecular basada en el carbono) y contaminantes (en el sentido de ser muy tóxicos), los COP tienen otras dos propiedades. Son solubles en grasas y por consiguiente se acumulan en los tejidos vivos; y pueden viajar grandes distancias.

Estas cinco propiedades juntas los hacen muy peligrosos. La aleatoriedad aparente de la amenaza se agrava por el hecho de que la lesión a menudo tarda en aparecer o es indirecta. Los productos químicos sumamente tóxicos pueden esperar su tiempo, envenenando a sus víctimas de maneras tales que son muy difíciles de ver. Los COP son también potentes venenos ecológicos. Y al igual que en el cuerpo humano, sus efectos ecológicos a menudo siguen caminos tortuosos. En Estados Unidos en los años sesenta, por ejemplo, los biólogos empezaron a encontrar evidencias de que el plaguicida DDT (diclorodifeniltricloroetano) y otros productos químicos similares eran peligrosos. Pero la evidencia no provino de los organismos que

habían absorbido el plaguicida directamente. Vino de las águilas y halcones que estaban sufriendo fracasos reproductivos generalizados.

Aunque los COP son tóxicos por definición, sus efectos en la salud y los impactos ambientales a largo plazo en gran parte se desconocen. Más complejo aún que el análisis de un COP individual, es la necesidad de entender qué tipos de interacciones sinérgicas se producen por la exposición a varios COP o a COP junto con otros productos químicos. Los COP son también potentes venenos ecológicos. Y al igual que en el cuerpo humano, sus efectos ecológicos a menudo siguen caminos tortuosos.

La contaminación múltiple es la regla, en lugar de la excepción, pero realmente no se conocen sus efectos. Lo que sabemos es que la mayoría de los organismos vivos están expuestos a una difusa mezcla de COP. Y eso nos afecta a todos nosotros. Independientemente de donde vivamos, probablemente estaremos contaminados por ciertas cantidades de COP. Están en los alimentos y en el agua; probablemente también en el aire que respiramos; probablemente de vez en cuando entre en contacto con nuestra piel si, por ejemplo, manipulamos pinturas, disolventes o combustibles.

Para atender esta problemática a nivel mundial, se firmó el 23 de mayo de 2001 el Convenio de Estocolmo (México está incluido en este convenio), en el cual se describen las propiedades de los COP de la siguiente forma: “Los contaminantes orgánicos persistentes tienen propiedades tóxicas, son persistentes a la degradación, se bioacumulan y son transportados por el aire, el agua y las especies migratorias, a través de las fronteras internacionales y depositados lejos del lugar de su liberación, acumulándose en ecosistemas terrestres y acuáticos”.

Este convenio establece medidas que controlarán la producción, comercio, uso y eliminación de ocho plaguicidas, dos sustancias químicas industriales y dos subproductos industriales nocivos.

Los compuestos orgánicos incluidos en este Convenio son: Aldrin, Dieldrin, DDT, Endrín, Clordano, Hexaclorobenceno Heptacloro, Mirex, Toxafeno, PCB's, Dioxinas y Furanos.

Estos compuestos responden a patrones muy similares, pues se trata de moléculas orgánicas cíclicas cloradas; once son policíclicas. Por lo que es posible realizar muchas generalizaciones sobre su degradación y comportamiento ambiental.

México también firmó el Convenio de Basilea y de Rotterdam sobre el Control de los Movimientos Transfronterizos de los desechos peligrosos y su Eliminación ya que estos COP pertenecen también al grupo de residuos peligrosos. Así mismo México aporta su granito de arena para cumplir con estos dos convenios mediante el Plan Nacional de Desarrollo 2007-2012 para cumplir con estos convenios.

1.7 Disruptores endocrinos

Son sustancias químicas que tienen efectos adversos sobre la salud de un organismo o de su prole, como consecuencia de alteraciones en la función endocrina.

El término disruptor endocrino, define un conjunto diverso y heterogéneo de compuestos químicos capaces de alterar el equilibrio hormonal.

Actualmente un gran número de sustancias químicas artificiales se han vertido al medio ambiente, así como algunas naturales, tienen potencial para perturbar el sistema endocrino de los animales, incluidos los seres humanos. Entre ellas se encuentran las sustancias persistentes, bioacumulativas y organohalógenas que incluyen algunos plaguicidas (fungicidas, herbicidas e insecticidas) y las sustancias químicas industriales, otros productos sintéticos y algunos metales pesados.

Muchas poblaciones animales han sido afectadas ya por estas sustancias. Entre las repercusiones figuran la disfunción tiroidea en aves y peces; la disminución de la fertilidad en aves, peces, crustáceos y mamíferos; la disminución del éxito de la incubación en aves, peces y tortugas; graves deformidades de nacimiento en aves, peces y tortugas; anormalidades metabólicas en aves, peces y mamíferos; anormalidades de comportamiento en aves; de masculinización y feminización de peces, aves y mamíferos machos; de feminización y masculinización de peces y aves hembras; y peligro para los sistemas inmunitarios en aves y mamíferos.

Los disruptores endocrinos interfieren en el funcionamiento del sistema hormonal mediante alguno de estos tres mecanismos: suplantando a las hormonas naturales, bloqueando su acción o aumentando o disminuyendo sus niveles. Las sustancias químicas disruptoras endocrinas no son venenos clásicos ni carcinógenos típicos. Se atienen a reglas diferentes. Algunas sustancias químicas hormonalmente activas apenas parecen plantear riesgos de cáncer.

Es importante hacer hincapié de que falta mucho por estudiar el efecto sobre la salud humana, ya que hay más de 100,000 sustancias químicas artificiales registradas y este número se incrementa en más de 1000 cada año.

A continuación se presentan algunos hechos relacionados con la exposición a los diferentes disruptores endocrinos:

- Aumento de cáncer de mama y de ovario
- Aumento de cáncer de próstata y testículo
- Aumento significativo de los trastornos de carácter reproductivo en los últimos 40 años

- Descenso de más del 50% en el conteo espermático entre 1940 y 1990.
- Alteraciones en el sistema genitourinario, destacando el criptorquidismo entre ellas.
- Aumento en la endiometrosis.

Debido a esta problemática de los COP's y los disruptores endocrinos, se planteo la implementación y validación de un método analítico mediante cromatografía gases/masas de siete compuestos orgánicos persistentes, Hexaclorobenceno, Aldrín, Endrín, Dieldrín, Clordano, Heptacloro y DDT.

Hexaclorobenceno (HCB)

Fungicida usado para el tratamiento de semillas de trigo, cebolla, sorgo. Se encuentra como impurezas en varias formulaciones de plaguicidas, también es un producto industrial secundario.

Aldrin y Dieldrin

Insecticidas usados en cultivos de maíz, papas y algodón. También usados para el control de termitas.

Endrin

Insecticida usado principalmente en campos de cosecha de algodón y granos. Usado como raticida y topos, así como para combatir aves.

Clordano

Insecticida de contacto de amplio espectro, usado en cultivos agrícolas incluyendo vegetales, granos pequeños, maíz, papas, caña de azúcar, frutas, nueces, cítricos, algodón y yute. Usado en céspedes residenciales y jardines. También en el control de termitas.

Heptacloro

Insecticida estomacal y de contacto, usa principalmente contra insectos de suelo y termitas. También contra insectos de algodón, saltamontes, algunas plagas de cultivos y para combatir el paludismo.

DDT

Insecticida usado en cultivos agrícolas, particularmente algodón. Actualmente se usa especialmente como control de vectores.

OBJETIVO

Implementar y validar un método analítico para la determinar de siete compuestos orgánicos persistentes (COP's) Hexaclorobenceno, Heptacloro, Aldrín, Clordano, DDT, Endrín y Dieldrin mediante cromatografía de gases/masas.

2 Metodología

Búsqueda de información de compuestos orgánicos persistentes, disruptores endocrinos.

Búsqueda de métodos de análisis EPA

- Método EPA 8270D. Compuestos orgánicos semivolátiles por cromatografía de gases/espectrometría de masas)

Método EPA 8000C. Separaciones Cromatográficas por extracción líquido-líquido.

NMX-AA-071-1981. Determinación de plaguicidas organoclorados.

- Método de cromatografía de gases.

Revisión de las metodologías y selección de los métodos EPA y no la norma ya que ésta última utiliza un detector de captura de electrones para la determinación de los compuestos orgánicos persistentes.

RESULTADOS

Una vez que se seleccionó los métodos EPA para determinar los siete COP's, Se procedió a la implementación analítica como se describe en el siguiente punto.

2.1 Implementación

La metodología consistió en preparar un estándar en un disolvente afín (acetona grado pesticida o HPLC) con los siete compuestos organoclorados a una concentración de 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ e inyectarlo en el cromatógrafo, para determinar los tiempos de retención de los compuestos en estudio. Cabe mencionar que se usó un estándar certificado de una mezcla de Pesticidas marca CHEMSERVICE lote 419-21A con fecha de caducidad de enero de 2010.

A partir de estas inyecciones se genera el método cromatográfico variando condiciones de análisis, es decir rampas de temperatura para generar picos bien definidos y resueltos, hasta obtener las condiciones cromatográficas y de la trampa iónica adecuadas (Tablas 1 y 2).

Una vez generado el método se procedió a generar la curva de calibración de cada uno de los compuestos orgánicos persistentes.

Empleando el estándar certificado de una mezcla de Pesticidas de 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, se prepara un mililitro de solución de 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, tomando 0,1 mL de solución estándar de 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, depositándose en un vial de 2 mL de capacidad y se afora con acetona a 1 mL.

Posteriormente se prepara otra solución de un mililitro de 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ a partir de la solución de 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, tomando 0,1 mL y aforando a 1 mL con acetona.

Con ésta se prepara otra nueva solución de 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ tomando 0,1 mL de solución de 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$, se depositan en un vial de 2 mL y se afora a un mililitro con acetona.

Esta última solución se utiliza para preparar la curva de calibración con 5 diferentes concentraciones, llevando a un volumen final de 1 mL.

En seguida se prepararán los sistemas de extracción, realizando un lavado de los mismos; primero se enjuagan dos veces con acetona grado plaguicida o equivalente y el extracto obtenido se desecha.

Después dos lavados con cloruro de metileno grado plaguicida o equivalente y el extracto obtenido se desecha. Se realiza un último lavado con cloruro de metileno, y el extracto obtenido se colecta en un matraz bola.

Se preparan 7 litros solución de 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ en forma independiente y se depositan en los sistemas de extracción. Se realiza la extracción líquido-líquido con 100 mL de cloruro de metileno, agitando vigorosamente durante dos minutos.

Esperar a que se separen las fases, aproximadamente 10 minutos, el extracto orgánico se pasa por un embudo de filtración el cual contiene una cama de sulfato de sodio anhidro para eliminar las trazas de agua y el extracto es colectado en un matraz bola. Realizar 2 extracciones más de la misma manera.

Los extractos obtenidos se concentran en un sistema de roto evaporación a 5 mL aproximadamente.

Posteriormente se trasvasan los extractos a viales de 1.8 mL concentrándolos a flujo de nitrógeno. Concentrar hasta sequedad los extractos, y agregar 1.5 mL de hexano grado plaguicida o equivalente homogenizar por inmersión y concentrar nuevamente a flujo de nitrógeno.

Aforar las muestras a 1mL con hexano grado plaguicida o equivalente para ser inyectadas al cromatógrafo de gases con espectrometría de masas.

2.1.1 Condiciones analíticas del método cromatográfico

Cromatógrafo de gases Varian modelo CP-3800 con detector de masas Varian modelo Saturno 2200 GC/MS/MS

Tabla 1 Condiciones cromatográficas

Rampeo Temperatura(° C)	Velocidad (°C/min)	Hold (min)	Minutos totales
70	-	0	0.0
180	30	0	3.67
250	3.5	5	28.67
290	30	3	33.00

Tabla 2 Condiciones de trampa iónica

Temp. Inyector (° C)	Flujo Columna (mL/min)	Rango masa	Scan/ Time (s)	Temp. Rampa (°C)	Temp. Línea transferencia (° C)	Manifold (°C)
220	1	40-450	30/s	200	200	100

Modo de Inyección Splitless

2.2 VALIDACIÓN DEL MÉTODO.

La validación proporciona un alto grado de confianza y seguridad del método analítico, así como también en la calidad de los resultados. La validación del método se realizó utilizando el método generado para siete compuestos orgánicos persistentes mediante cromatografía de gases/masas.

Los parámetros analíticos que son considerados en la validación de un método son linealidad, precisión (repetibilidad, reproducibilidad), exactitud (sesgo), límite de detección y límite de cuantificación.

La validación se llevo a cabo de acuerdo al procedimiento generado para este método analítico, Plaguicidas Clorados en agua CAQAO06-03 y al procedimiento de prueba de desempeño CAGC7-06; los cuales se encuentran en el **Anexo A** al final de este informe.

Los cromatogramas se encuentran en el **Anexo D**.

2.2.1 PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

2.2.1.1 Linealidad

Para establecer el intervalo de linealidad del método, se elaboraron tres curvas de calibración con solución estándar certificada de plaguicidas clorados de diferentes concentraciones 0.01; 0,02; 0,04; 0.05 y 0.10 $\mu\text{g/L}$, se efectuó un análisis de regresión, calculando el coeficiente de regresión (r), el coeficiente de determinación (r^2), la pendiente e intercepto, los resultados se encuentran en el **Anexo B**.

2.2.1.2 Precisión

Este parámetro se determinó mediante los ensayos de repetibilidad y reproducibilidad. La repetibilidad se realizo sobre la base de 3 determinaciones de concentración baja (0.01 $\mu\text{g/L}$).

2.2.1.3 Exactitud

La determinación de la exactitud se evaluó en base al porcentaje de recuperación, para tal fin se prepararon siete muestras con la concentración más baja, 0.01 $\mu\text{g/L}$ y se inyectaron en 7 ocasiones consecutivas.

2.2.1.4 Límites de detección y cuantificación

La determinación de los límites de detección y cuantificación. Se realizó en base a la preparación de 7 blancos y 4 muestra de baja concentración (0.01 $\mu\text{g/L}$). Los resultados de precisión, exactitud, límites de detección y cuantificación se encuentran en el **Anexo C**.

3 DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.1 Linealidad

Al analizar los resultados obtenidos, se puede apreciar que el coeficiente de correlación r se acercó bastante a la unidad, además se obtuvo un coeficiente de determinación r^2 , pendiente e intercepto dentro de los criterios de aceptación $r = 0,99$ y $r^2 = 0,95$.

Por lo que se puede afirmar que existe una buena correlación (tabla 3) entre la concentración y la respuesta obtenida (valores de área), lo cual demuestra linealidad en el rango de concentraciones evaluadas (gráfica 1).

Gráfica 1 Linealidad de compuestos orgánicos persistentes

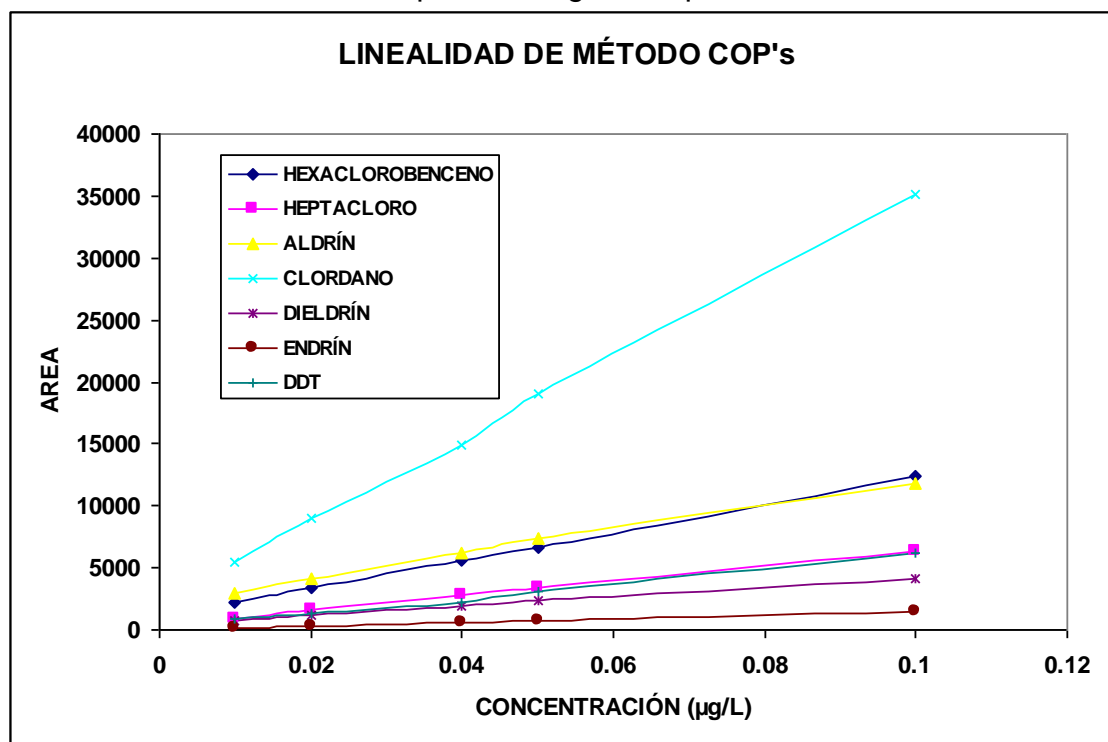


Tabla 3 Coeficientes de correlación linealidad

COP's	Coefficiente de correlación (r)	Pendiente	Intercepto al origen
HEXACLOROBENCENO	0.9897	1.082	-0.0005
HEPTACLORO	0.9915	1.014	-0.0007
ALDRIN	0.9830	1.016	0.0001
CLORDANO	0.9896	0.997	0.0025
DIELDRIN	0.9844	1.056	0.0007
ENDRIN	0.9800	0.935	-0.001
DDT	0.9801	0.907	-0.0001

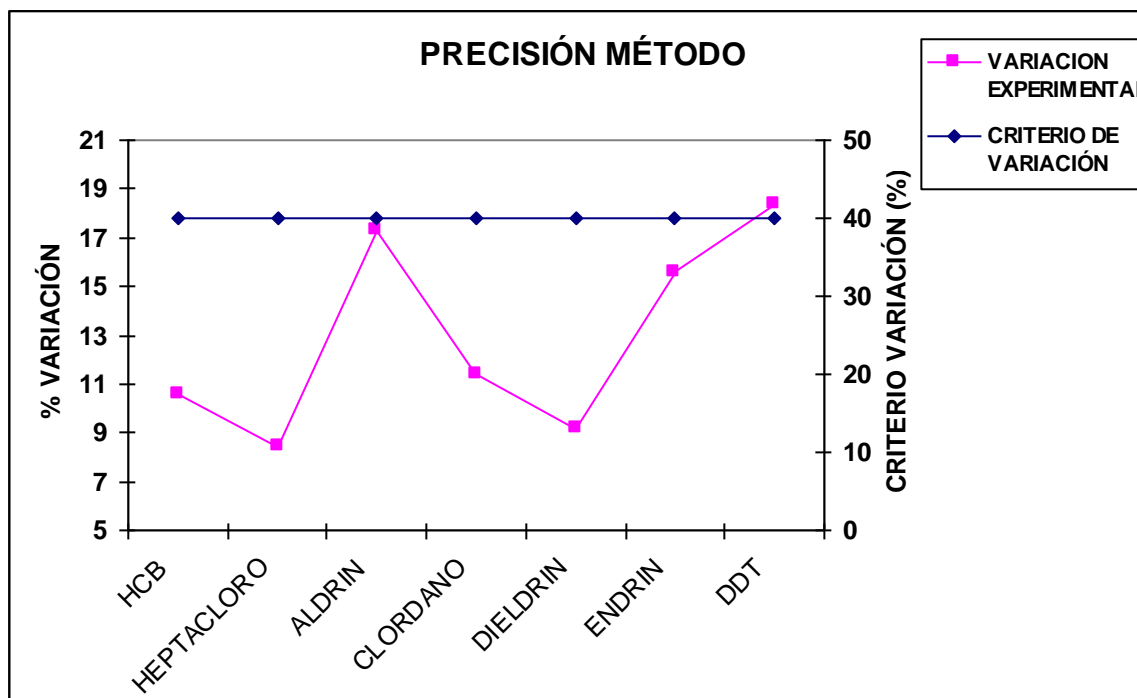
3.2 Precisión del método

En la tabla 4 se presentan los valores de repetibilidad promedio del método para cada uno de los siete compuestos orgánicos persistentes, se obtuvieron coeficientes de variación en el intervalo desde 8.43% hasta 17.27% (Gráfica 2). El criterio de aceptación es $\leq 20\%$ por lo que el método presenta una buena repetibilidad.

Tabla 4 Repetibilidad (%) y Reproducibilidad (CV)

COP's	Repetibilidad Promedio (%)	Desviación estándar (SD)	Coefficiente de variación (%)
HEXACLOROBENCENO	99.7497	10.5421	10.57
HEPTACLORO	90.2946	7.6146	8.43
ALDRIN	93.1863	22.1111	17.27
CLORDANO	77.5739	8.8162	11.36
DIELDRIN	118.2759	10.8356	9.16
ENDRIN	69.0986	10.7458	15.55
DDT	112.8504	20.7110	18.35

Gráfica 2 Precisión método analítico



3.3 Exactitud

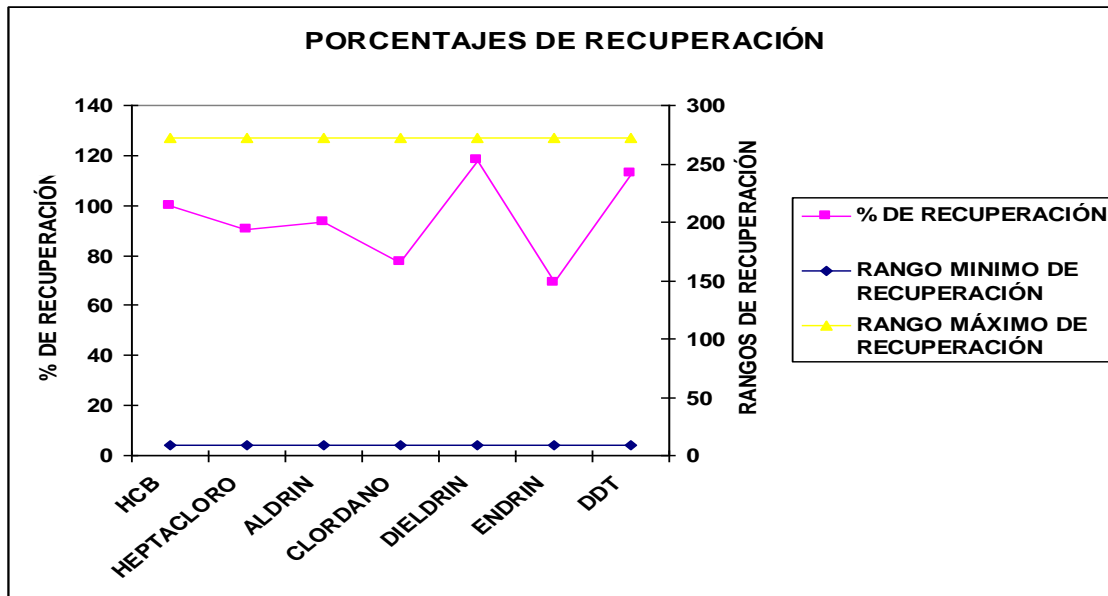
Los resultados se expresaron en función del porcentaje de recuperación del método, dichos valores se encuentran en el intervalo de 69.10 a 118.28%

El criterio de aceptación de este parámetro es 4-272% (Gráfica 3), lo cual nos indica que el método es exacto, ya que los valores de porcentajes de recobro se encuentran dentro del intervalo establecido. (Tabla 5).

Tabla 5 Resultados de exactitud

COP's	Concentración cuantificada promedio ($\mu\text{g/L}$)	Concentración teorica ($\mu\text{g/L}$)	Porcentajes de recuperación (%)
HEXACLOROBENCENO	0.00984	0.01	99.75
HEPTACLORO	0.00953	0.01	90.29
ALDRIN	0.01080	0.01	93.19
CLORDANO	0.008432	0.01	77.57
DIELDRIN	0.01131	0.01	118.28
ENDRIN	0.00753	0.01	69.10
DDT	0.009940	0.01	112.85

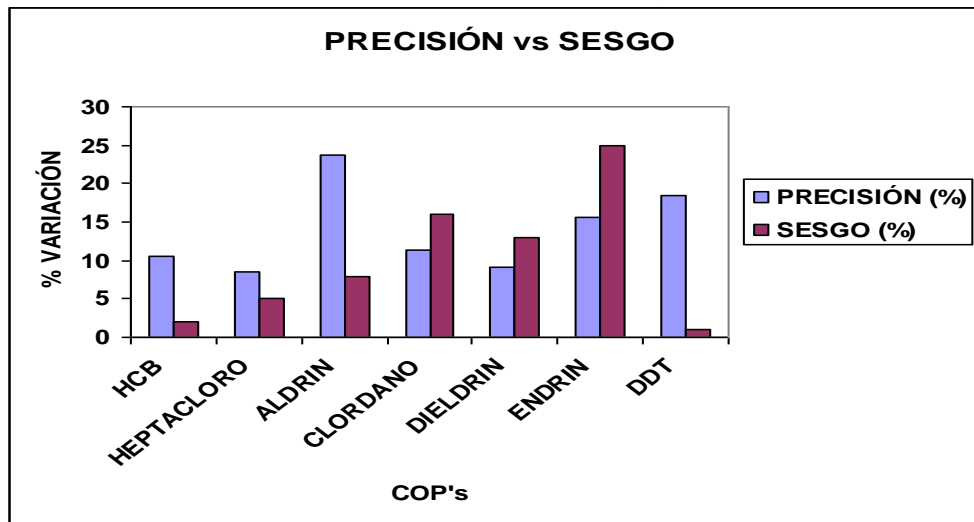
Gráfica 3 Porcentajes de recuperación



3.4 Sesgo

En la gráfica 4 se presentan los porcentajes de precisión vs sesgo, como puede apreciarse, el comportamiento del sesgo se encuentra dentro del intervalo desde 1 hasta 25%, mientras que los valores de precisión desde 8.43 hasta 23.73%. Los porcentajes de sesgo más altos corresponden a los compuestos Clordano y Endrin.

Gráfica 4 Comportamiento de precisión vs sesgo



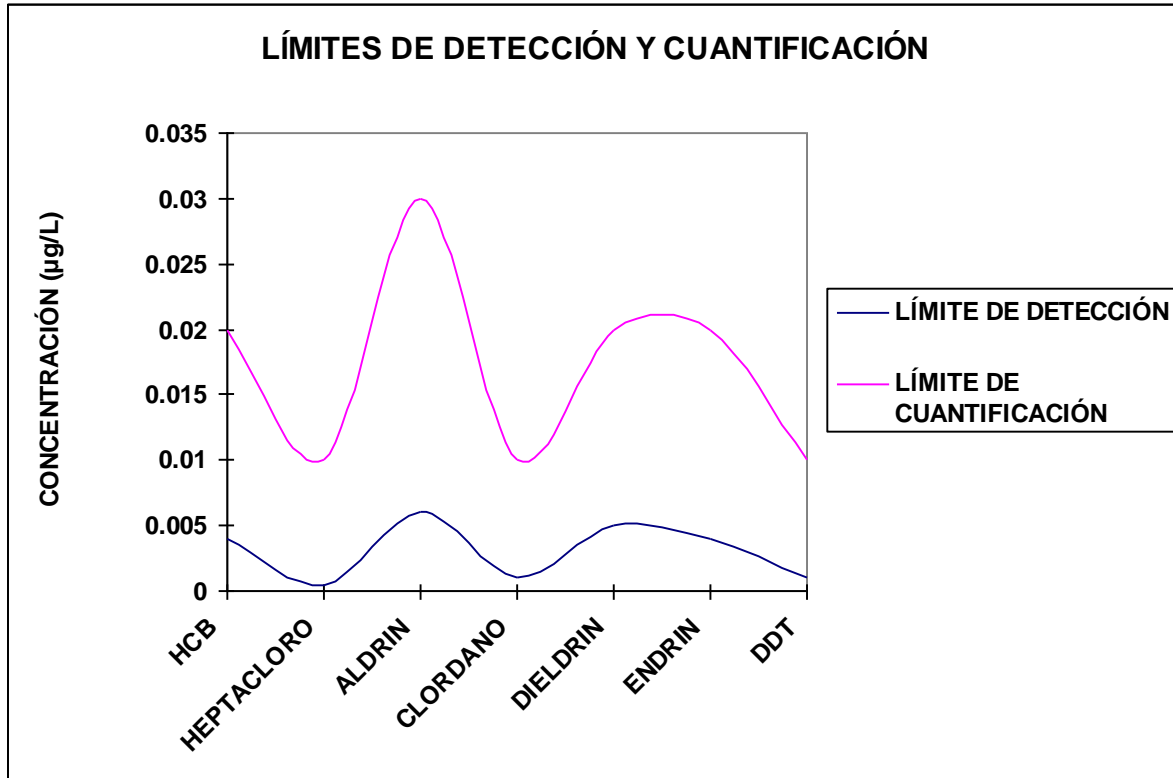
3.5 Límite de Detección y Cuantificación

Los valores correspondientes al límite de detección, se encuentran en el intervalo de 0.0005 a 0.006 $\mu\text{g/L}$ (ver tabla 6). El comportamiento de los diferentes valores se muestran en la gráfica 5.

Tabla 6 Límites de Detección y límites de cuantificación COP's

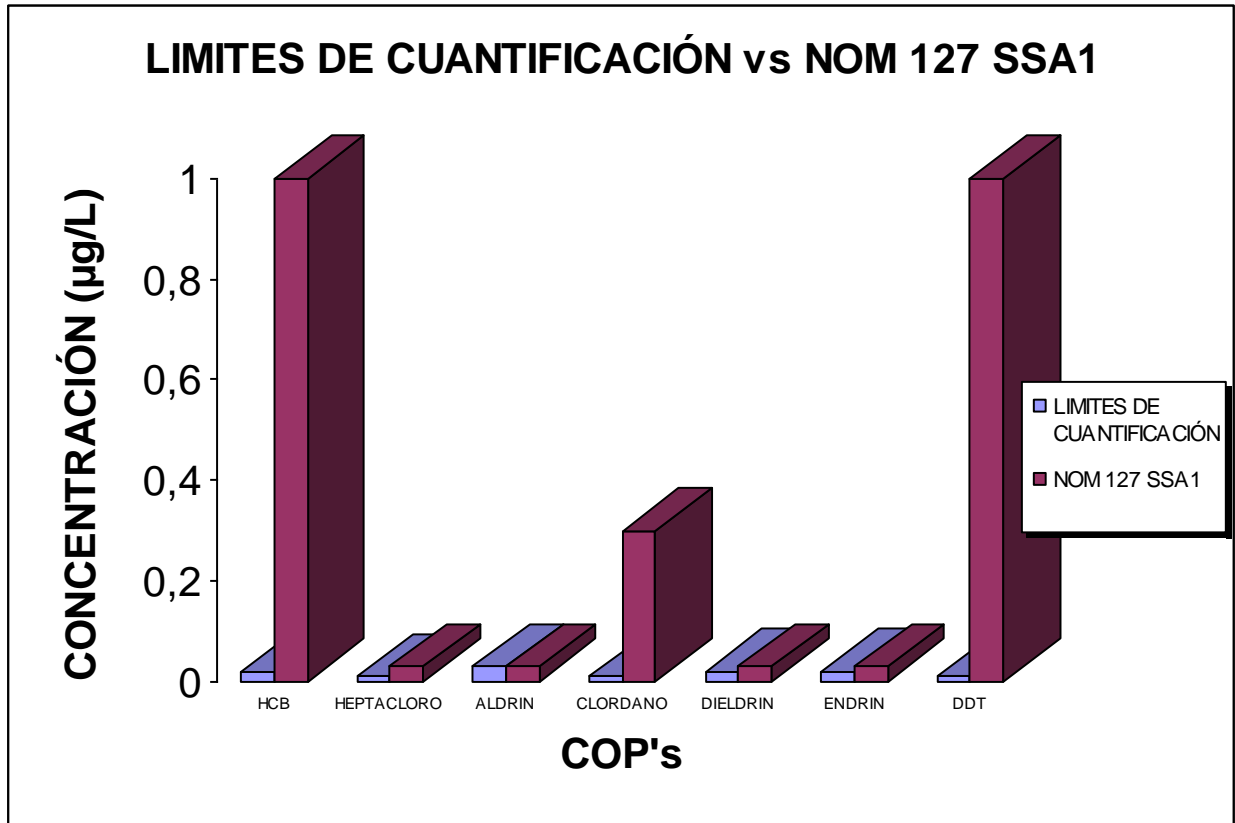
COP's	Límite de Detección	Límite de Cuantificación
HEXAACLOROBENCENO	0.004	0.02
HEPTACLORO	0.0005	0.01
ALDRIN	0.006	0.03
CLORDANO	0.001	0.01
DIELDRIN	0.005	0.02
ENDRIN	0.004	0.02
DDT	0.001	0.01

Gráfica 5 Límites de detección y cuantificación



En la gráfica 6 se observa la comparación de los límites de cuantificación del método de COP's con los establecidos en la norma oficial mexicana para uso y consumo humano NOM 127SSA1-1996, puede observarse que los valores obtenidos en el método estudiado, se encuentran por debajo de las concentraciones de la norma oficial.

Gráfica 6 Comparación de límites de cuantificación vs NOM 127 SSA1



4 CONCLUSIONES

Con base a los resultados obtenidos se tienen las siguientes conclusiones:

- Implementación y validación de un método analítico mediante cromatografía de gases/masas para detectar y cuantificar siete compuestos orgánicos persistentes en base a los métodos EPA 8270D y 8000C.
- El método analítico generado (CAQAO06-03) cumple con los parámetros de validación; linealidad, precisión y exactitud en el intervalo de concentraciones analizadas (0.01, 0.02, 0.04, 0.05, 0.10 $\mu\text{g/L}$); concuerda con los criterios especificados en el procedimiento CAGC7-06, el cual establece las pruebas necesarias para demostrar la competencia técnica en un método analítico.

5 BIBLIOGRAFIA.

Organización Panamericana de la Salud y Organización Mundial de la Salud. Plaguicidas organoclorados. Metepec, Estado de México, México. 1990.

EPA Method. 8270 D. Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS). January 1998.

EPA Method 8000C. Determinative Chromatographic Separations. March 2003.

NMX-AA-071-1981. DETERMINACIÓN DE PLAGUICIDAS ORGANOCOLORADOS – MÉTODO DE CROMATOGRAFÍA DE GASES.

http://medioambiente.gov.ar/archivos/web/salud_ambiente/File/8.pdf. Libro Virtual IntraMed. Medicina Ambiental. Dr. Alberto Jorge Tolcachiec.

<http://www.Cepis.org.pe/bvstex/fulltext/toxico/toxico-04^a20.pdf>. Compuestos orgánicos persistentes capítulo 20 I Lilia A. Albert.

<http://weblogs.madrinmass.org/reach/archive/2006/07/19/35288.aspx>. Grupo de Compuestos orgánicos persistentes del CIEMAT.

http://uv.es/metode/anuario2002/128_2002.html. Los compuestos orgánicos persistentes en la biosfera: El enemigo global e invisible.

http://www.consumer.es/web/es/medio_ambiente/urbano/2007/01/05/158706.php. Compuestos orgánicos persistentes.

http://www.pops.int/documents/convtext/convtext_sp.pdf. Convenio de Estocolmo sobre compuestos orgánicos persistentes.

<http://www.2.mediambiente.gov.ar/acuerdos/convenciones/rotterdam/rotindex.htm>. Convenio de Rotterdam.

<http://www.2.mediambiente.gov.ar/acuerdos/convenciones/basiela/baselindex.htm>. Convenio de Basilea.

http://www.gaiia.org.mx/readarticle.php?article_id=2.

<http://www.istas.net/ma/decops/de.doc>. Curso de introducción a los disruptores endocrinos.

www.inisoc.org/disrup.htm. La amenaza de los disruptores endocrinos.

www.seep.es/privado/download.asp?url=congresos/C2005/conferencias/. Disruptores endocrinos.

es.wikipedia.org/wiki/interruptor_endocino. Interruptor endocrino

scielo.isciii.es/scielo.php?pid=S0213-91112007000800012&script=sci_arttext. Gaceta Sanitaria. Exposición a disruptores endocrinos.

www.scielo.org.ar/scielo.php?pid=S0325-29572005000300004&script=sci_arttext.

Actabioquímica clínica latinoamericana. Disrupción endocrina.



SECRETARÍA DE
MEDIO AMBIENTE Y
RECURSOS NATURALES



Índice de anexos

ANEXO A

Procedimiento prueba de desempeño
Procedimiento plaguicidas clorados en agua

ANEXO B

LINEALIDAD
(Aldrin, Dieldrin, Hexaclorobenceno, Heptacloro, Clordano, Endrin, DDT)

ANEXO C

LÍMITES DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN
PRECISIÓN
EXACTITUD
(Aldrin, Dieldrin, Hexaclorobenceno, Heptacloro, Clordano, Endrin, DDT)

ANEXO D

Cromatogramas de curvas de calibración
Cromatogramas de blancos
Cromatogramas de soluciones estándar de 0.01 µg/L
Hoja de cálculo de curvas de calibración
Hoja de cálculo de blancos de método
Hoja de cálculo de concentraciones de 0.01 µg/L

ANEXO A

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

1 OBJETIVO

Establecer las pruebas necesarias para demostrar la competencia técnica en un método analítico, demostrando estadísticamente la linealidad, precisión, exactitud, límite de detección y cuantificación, cantidad mínima cuantificable de un método, *t* de student, o análisis de Fisher según corresponda.

2 CAMPO DE APLICACION

El procedimiento aplica para las pruebas analíticas que se realizan en el laboratorio de Calidad del Agua.

3 DEFINICIONES

6
FEB. 17 2008

Prueba de desempeño: Prueba realizada para demostrar la competencia técnica de una persona, a través del cálculo de la linealidad, precisión, exactitud, límite de cuantificación y detección de un método, o análisis de Fisher según corresponda.

Límite de cuantificación: Es la menor concentración de una sustancia en una muestra que puede determinarse con exactitud y precisión aceptable, bajo las condiciones de operación establecidas.

Límite de detección: Es la mínima concentración de una sustancia en una muestra la cual puede ser detectada no necesariamente cuantificada, bajo las condiciones de operación establecidas.

Linealidad: La linealidad de un método o sistema analítico se defiende como la relación que se establece mediante una recta entre la propiedad física o química medida, con la cantidad del compuesto presente, indicando que la respuesta así obtenida es proporcional a la concentración. De la sustancia dentro de un rango determinado.

Rango lineal: El rango lineal de concentración de un método analítico es el intervalo entre el nivel superior e inferior en el cual se ha demostrado que es preciso, exacto y lineal, cuando se emplea el método descrito.

Exactitud: También conocida como el error sistemático o tendencia, corresponde a la diferencia entre el valor medio obtenido de una serie de resultados experimentales y el valor de referencia. Esta medida se puede expresar como el porcentaje de recuperación obtenido del análisis de muestras a las que se les adiciona concentraciones conocidas del elemento a determinar.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró				Revisó:				Aprobó:	
	MC. JUAN E. GARCIA B.				Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS
									Hoja 1 de 15

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:

PRUEBA DE DESEMPEÑO

Precisión o Repetibilidad: Es la medida del grado de reproducibilidad y/o repetibilidad del método analítico, bajo condiciones normales de operación. Es la dispersión que hay de las mediciones alrededor de su valor central.

Porcentaje de recuperación: Se refiere a la concordancia entre un valor determinado y el valor de referencia aceptado, el cual se ve expresado como la concentración obtenida entre la concentración calculada por cien, expresando así la reproducibilidad del método.

Competencia técnica: Demostrar a través de una metodología que se es capaz de producir datos exactos y precisos.

Cantidad mínima cuantificable: Cantidad mínima que se cuantifica con un 95% de confianza, cuando se trata de "métodos volumétricos o gravimétricos".

La distribución de "t" de Student es la que determina si el método es exacto para un intervalo de confianza dado del 95% con una significancia del 0.05.

6

4 EQUIPO

FEB. 17. 2008

El indicado para el método analítico, el cual debe estar en condiciones óptimas de operación, además de calibrado.

5 REACTIVOS

Los requeridos por el método analítico, los que deben ser certificados o de la mayor pureza disponible.

6 MATERIAL

El especificado para el método analítico.

7 PROCEDIMIENTO

Es necesario para realizar la prueba de desempeño, tener el procedimiento del método, y los de operación y calibración de los instrumentos involucrados, cuando estos últimos sean necesarios, así como también medir y registrar la temperatura de las soluciones y la ambiental.

7.1 Métodos espectrofotométricos

7.1.1 Demostración inicial de la capacidad

- a) Preparar solución madre en cantidad suficiente con un estándar de referencia (sal de pureza mayor al 99.95%), considerar la pureza para el cálculo de la concentración.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró:				Revisó:				Aprobó:	
	MC. JUAN L. GARCÍA R.				Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMÍREZ SALINAS

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:

PRUEBA DE DESEMPEÑO

- b) Preparar una serie de al menos cinco soluciones de diferente concentración a partir de la solución madre, las concentraciones deben estar dentro del rango de trabajo lineal del método.
- c) Preparar un estándar de una concentración que se encuentre entre 2ª y 3ª concentración del rango de trabajo (EC1), de un lote diferente al estándar utilizado para la preparación de la solución madre del inciso a.
- d) Realizar el proceso de análisis.
- Leer cada una de las soluciones estándar, construir con ellas la curva de calibración y calcular la ecuación de la misma.
 - Leer el estándar EC1, con la curva de calibración creada.
- e) Calcular la concentración EC1, si el valor calculado difiere en más de 10% del valor esperado, entonces volver a preparar la curva de calibración. Si nuevamente el criterio no se cumple, revisar cada uno de los puntos del método, así como, la preparación de soluciones. Si el resultado cumple con el criterio, continuar.
 En caso de no cumplir, revisar el instrumento y si no, cambiar de metodología.

6
7.1.2 Linealidad del método

FEB. 17 2009

- a) Preparar en forma independiente dos series de al menos cinco soluciones de la misma concentración que las preparadas en el punto 7.1.1b, a partir de la misma solución madre.
- b) Realizar el proceso de análisis y leer cada una de las series.

7.1.3 Límite de detección del método (LDM)

- a) Preparar seis blancos y al menos cuatro muestras sintéticas de forma independiente de una concentración igual a la más baja de la curva de calibración.
- b) Analizar las muestras.
- c) Obtener la concentración de los blancos y de las muestras sintéticas.

7.1.4 Límite de cuantificación del método (LCM)

Con la información generada para calcular el LDM, calcular el LCM, como se indica en el inciso 8.3 del apartado de cálculos.

7.1.5 Precisión del método

La determinación de la precisión del método, se mide como el Coeficiente de Variación, lo que implica determinar la desviación estándar y relacionarla con la media.

- a) Preparar al menos tres muestras sintéticas más de forma independiente, de la misma

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:	
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06	
Elaboró:				Revisó:				Aprobó:		
	MC. JUAN L. GARCIA R.				Q.T. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS	

Hoja 3 de 15

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:

PRUEBA DE DESEMPEÑO

concentración que las preparadas en el inciso 7.1.3a, y calcular su concentración.

- b) Para los cálculos utilizar la información generada de las muestras sintéticas para obtener el LDM (inciso 7.1.3) y la obtenida en el punto 7.1.5a, realizar lo indicado en el inciso 8.4. (En total los datos a considerar son de al menos siete muestras).

7.1.6 Exactitud del método

Para determinar la exactitud del método, se utilizará la información generada en los incisos 7.1.3a y 7.1.5a, y los cálculos, realizarlos conforme a lo establecido en el inciso 8.5.

7.1.7 Límites de confianza

Referirse al apartado de cálculos, inciso 8.6

6

FEB. 17 2006

7.2 Métodos volumétricos, gravimétricos y electrométricos

7.2.1 Preparar solución madre en cantidad suficiente con un estándar de referencia (sal de pureza mayor al 99%), considerar la pureza para el cálculo de la concentración.

7.2.2 Límite de detección del método (LDM)

- a) Preparar seis blancos y al menos cuatro muestras sintéticas de forma independiente de una concentración baja, la cual deberá ser menor a la establecida como límite máximo permitido en las Normas Mexicanas, cuando aplique.

- b) Analizar las muestras

- c) Obtener la concentración de los blancos y de las muestras sintéticas.

Con la información calcular el LDM como se indica en el punto 8.2.

7.2.3 Cantidad mínima cuantificable (CMC)

Con la información generada para calcular el LDM, calcular la CMC, como se indica en el inciso 8.3 del apartado de cálculos.

7.2.4 Precisión del método

- a) Analizar tres muestras sintéticas más de forma independiente, de la misma concentración que las preparadas en el inciso 7.2.2a, y calcular su concentración.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:	
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06	
Elaboró:				Revisó:				Aprobó:		
	MC. JUAN L. GARCIA R.				Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS	

Hoja 4 de 15

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

b) Para los cálculos utilizar la información generada de las muestras sintéticas para obtener el LDM (inciso 7.2.2) y la obtenida en el punto 7.2.4a, realizar lo indicado en el inciso 8.4. (En total los datos a considerar son de al menos siete muestras).

7.2.5 Exactitud del método

Para determinar la exactitud del método, se utilizará la información generada en los incisos 7.2.2a y 7.2.4a, y los cálculos realizarlos conforme a lo establecido en el inciso 8.5.

7.2.6 Límites de confianza

Referirse al apartado de cálculos, inciso 8.6. Utilizar los mismos datos que para Precisión, los que deben ser al menos siete correspondientes a las muestras sintéticas.

FEB. 17 2009

7.3 Métodos microbiológicos

7.3.1 Para el caso de análisis microbiológicos de huevos de helminto y con el objeto de determinar las pruebas para las cuales el personal esta calificado se desarrollará en forma paralela con el capacitado, la técnica únicamente con al menos tres muestras positivas

7.3.2 Para las otras determinaciones microbiológicas y con el objeto de determinar las pruebas para las cuales el personal esta calificado, la persona responsable de la capacitación desarrollará en forma paralela con el capacitado la técnica con siete muestras positivas y siete negativas.

7.3.3 El resultado de los análisis paralelos, se anotará en los registros correspondientes.

7.3.3.1 La técnica de Fisher conocida como análisis de varianza (ANAVA o ANOVA) es una prueba de hipótesis para varias poblaciones de datos de muestras que sirva para comparar si los valores de un conjunto de datos numéricos son significativamente distintos a los valores de otro o varios conjuntos de datos. Esta técnica esta basada en la varianza global observada en los grupos de datos numéricos a comparar y se realiza siguiendo los siguientes pasos:

- Clasificar o separar las causas parciales de la variación (analistas).
- Calcular los grados de libertad (GL) para cada factor o causa parcial de variación, analistas y número de muestras.
- Calcular la suma de los cuadrados de las desviaciones de las observaciones o resultados de las mediciones (SC) con respecto a la media para cada una de las causas de variación (analistas).
- Calcular la varianza o cuadrado medio (CM) para cada factor de variación.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró:				Revisó:				Aprobó:	
	M.C. JUAN L. GARCIA R.				Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

 AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

 TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

e) Probar hipótesis por medio de prueba de Fisher.

Cálculos requeridos:

1) Factor de corrección:

$$FC = \frac{\sum X^2}{a \cdot n}$$

Donde:

$\sum X^2$ = sumatoria de los resultados de las pruebas entre analistas al cuadrado
 a = número de analistas
 n = número de muestras analizadas

2) Suma de cuadrados total

$$SC_{total} = \sum X_i^2 (X_1^2 + X_2^2 + \dots + X_n^2) - FC$$

6

3) Suma de cuadrados de las muestras

$$SC_{muestras} = \sum X_i^2 (X_1^2 + X_2^2 + \dots + X_n^2) - FC$$

FEB 17 2009

4) Suma de cuadrados del error

$$SC_{error} = SC_{total} - SC_{muestras}$$

El cuadrado medio (CM) o varianza para cada causa de variación (para analistas y para número de muestras analizadas (error)), se calcula de la siguiente forma:

$$Varianza = CM = \frac{\text{suma de los cuadrados}}{\text{grados de libertad}} = \frac{SC}{GL}$$

Interpretación del ANAVA o ANOVA

Debido a que son varias muestras y varios analistas y por tanto diferentes medias, la hipótesis nula H_0 y la hipótesis alternativa H_a son:

$H_0: A_1 = A_2 = \dots = A_n$ es decir que no hay diferencias significativas entre los resultados entre analistas.

$H_a: A_1 \neq A_2 \neq \dots \neq A_n$ es decir que al menos en un par de analistas existe diferencia significativa.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró:				Revisó:				Aprobó:	
	MC. JUAN L. GARCÍA R.				Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMÍREZ SALINAS

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

A partir de los datos arrojados se construye la tabla de ANAVA:

Causas	GL	SC	CM	F _c	Tablas	
					F _{0.05}	F _{0.01}
Analistas	(a - 1)	Valor de calculo 3	Valor de calculo 3 GL	Valor calculado	Valores de tablas	
Error (diferencia)	(n - 1)	Valor de calculo 4	Valor de calculo 4 GL			
Total	(an - 1)	Σ				

A partir de esta tabla se calcula la F "calculada";

$$F_c = \frac{\text{CM de analistas}}{\text{CM del error}}$$

6

La F de tablas se calcula mediante una tabla de F utilizando GL del numerador (analistas) y GL para la diferencia (error, número de muestras analizadas) en el denominador.

Se aceptará la H₀ siempre y cuando la F calculada sea menor a la F de tablas y por tanto se concluirá que la diferencia entre medias de analistas es no significativa o debida a la casualidad o al azar y por tanto el analista esta calificado para el análisis que se este evaluando.

En caso de que la F calculada sea mayor o igual a F de tablas se concluirá que la diferencia entre las medias de los resultados entre analistas es significativa y por tanto no se puede definir como un analista calificado para el análisis que se este evaluando.

7.3.3 Si la variación de los resultados entre el capacitado y el responsable de la capacitación es menor o igual a la variación máxima de duplicados establecida en el área, o el análisis de ANAVA acepta la hipótesis nula, se considerará que la persona está calificada para efectuar la prueba. Documentar en formato FCAGC7-06D.

En el caso de la prueba de t de student solo se requiere calcular coeficiente de variación porcentual entre el signatario de la prueba contra el del analista en entrenamiento, la diferencia entre los coeficientes de variación del signatario y el analista no debe ser mayor a entre 30 y 40 % para considerar como positivo el que el analista este capacitado para el análisis. El coeficiente de variación en la prueba de t de student se calcula de la siguiente forma:

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró:				Revisó:				Aprobó:	
	MC JUAN L. GARCIA R.				Q.T. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS
									Hoja 7 de 15

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:

PRUEBA DE DESEMPEÑO

$$CV = \frac{DS}{\mu} \times 100$$

Donde;

CV = coeficiente de variación porcentual
DS = desviación estándar de muestras
 μ = media de las muestras

6

FEB. 17 2009

7.4 Calificación

Una vez que se ha determinado si la persona es apta para desarrollar la prueba, esto deberá quedar de manifiesto en el formato de "Prueba de desempeño" (FCAGC7-06) en el apartado de observaciones. Ver punto 10

7.5 Sesgo y Reproducibilidad. Referirse al procedimiento CAQAF7-14.

8 CÁLCULOS

8.1 Linealidad del método

Con los resultados obtenidos para las curvas de calibración, calcular la pendiente y coeficiente de correlación por regresión múltiple. Para los cálculos consultar el procedimiento Validación de Métodos Analíticos CAGC7-01, Páginas 26 y 27.

8.2 Límites de detección del método

- a) Calcular la desviación estándar de las muestras sintéticas
- b) Obtener el LDM mediante la siguiente ecuación:

$$LDM = B + (t)(s)$$

Donde:

B = Promedio de los resultados de los blancos (mg/L)
t = Valor de "t" a un 99% de confianza y n-1 grados de libertad
s = Desviación estándar de las cuatro muestras sintéticas (mg/L)

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:	
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06	
Elaboró:	 MC. JUAN L. GARCÍA R.			Revisó:	 Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA			Aprobó:	 M. en C. NORMA RAMÍREZ SALINAS	
									Hoja 8 de 15	

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:

PRUEBA DE DESEMPEÑO

NOTA: Revisar que las absorbancias de los blancos no sean negativas, cuando suceda esto considerar cero su concentración y absorbancia. Además, si los valores de las absorbancias son dispersos, no considerar para el cálculo del límite de cuantificación, y utilizar el estándar de la mínima concentración.

8.3 Límite de cuantificación del método o Cantidad mínima cuantificable

Calcularlo con la siguiente fórmula:

$$LCM \text{ o } CMC = 10(s) + B$$

Si las concentraciones de los blancos son igual a cero, utilizar la siguiente fórmula:

6

$$LCM \text{ o } CMC = 10(s) + X$$

FEB. 17 2008

Donde:

- s* = Desviación estándar de las cuatro muestras sintéticas (mg/L)
- B* = Promedio de la concentración de los blancos (mg/L).
- X* = Promedio de las cuatro muestras sintéticas (mg/L)

NOTA: Para efectos de reporte de resultados, esta cantidad cambiará cada vez que se realice la prueba de desempeño, y deberá ser informada al área de Garantía de Calidad.

8.4 Precisión del método

Para determinar la precisión del método, calcular:

- el por ciento de recuperación (%R)

$$\% R = (\text{Concentración cuantificada} / \text{Concentración teórica}) (100)$$

- el promedio de los por cientos de recuperación y la desviación estándar
- el coeficiente de variación de la siguiente forma:

$$CV = (s/R) (100)$$

Donde:

- R* = Valor promedio de los %R de las muestras sintéticas.
- s* = Desviación estándar de los %R de las muestras sintéticas.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró:				Revisó:				Aprobó:	
	MC. JUAN L. GARCIA R.				Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS

Hoja 9 de 15

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:

PRUEBA DE DESEMPEÑO

8.5 Exactitud del método

Calcularla con la siguiente fórmula, a partir de los datos generados para calcular la precisión:

$$\text{Exactitud} = (\text{Concentración cuantificada}_{\text{PROMEDIO}} / \text{Concentración real}) (100)$$

8.6 Límites de confianza

Con los valores de "R" y "s" utilizados en el cálculo de la precisión, calcular el límite de confianza (LC) de la siguiente manera:

$$LC = R \pm ((t_{(n-1,95)})(s/n))$$

Donde:

R = Promedio de las recuperaciones (%)

t = Valor de tablas de una Distribución "t" student para n - 1 datos y una confianza del 95%

s = Desviación estándar

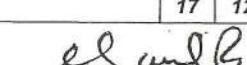
n = Número de datos

6

FEB. 17 2009

9 INTERPRETACION DE RESULTADOS

DETERMINACIÓN	CRITERIOS	
LINEARIDAD DEL METODO Áreas en general	$m \cong 1$ $b \cong 0$ $r \geq 0.99$	
	Cromatografía $r^2 \geq 0.95$	
EXACTITUD	MÉTODO	%R
	Cromatográfico	04 - 272
	Titrimétrico	80 - 120
	Gravimétrico	80 - 120
	Espectrofotométrico	80 - 120
	Electrométrico	80 - 120
COT	90 - 110	

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:	
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06	
Elaboró:	 MC. JUAN L. GARCIA R.			Revisó:	 Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA			Aprobó:	 M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS	
Hoja 10 de 15										

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

 AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

 TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

PRECISIÓN	MÉTODO	CV (%)
	Cromatográfico	≤ 20
	Titrimétrico	≤ 20
	Gravimétrico	≤ 30
	Espectrofotométrico	≤ 20
	Electrométrico	≤ 20
	COT	≤ 15
LÍMITE DE DETECCIÓN	Debe satisfacer el requisito para el objetivo del método	
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN o CANTIDAD MÍNIMA CUANTIFICABLE	Debe satisfacer el requisito para el objetivo del método	

6

10 FORMATO

10.1 Prueba de desempeño, ver páginas 11, 12, y 13. Anotar en observaciones número de bitácora y folio en que están registrados los respaldos de la prueba de desempeño.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró:				Revisó:				Aprobó:	
	MC. JUAN L. GARCIA A.				Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA				M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS
									Hoja 11 de 15

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

10.2 FORMATO: FCAGC7-06A



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA
PRUEBA DE DESEMPEÑO

AREA:				FECHA:					
NOMBRE DEL PROCEDIMIENTO ANALITICO:									
CLAVE:									
REFERENCIA:									
MODIFICACIONES AL MÉTODO:									
JUSTIFICACIÓN:									
OBSERVACIONES <i>Se cumplen los criterios establecidos en el procedimiento CAGC7-06 correspondientes al método, por lo tanto el analista está CALIFICADO para efectuar la prueba.</i>									
ANALISTA:				RESPONSABLE:					
FIRMA NOMBRE				FIRMA NOMBRE					
Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión: 03	Hoja: De:
	08	01	06		16	08	04		

FCAGC7-06A

6

FEB. 17 2009

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró:	 MC. JUAN E. GARCIA R.			Revisó:	 Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA			Aprobó:	 M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS
									Hoja 12 de 15

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

10.3 FORMATO: FCAGC7-06B



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA

PRUEBA DE DESEMPEÑO

AREA:			FECHA:						
LINEARIDAD DEL MÉTODO									
PARAMÉTRO	ESPECIFICACIONES		RESULTADOS						
Pendiente (m)									
Ordenada al origen (b)									
Coefficiente de correlación (r)									
Coefficiente de determinación (r ²)									
Conclusiones:									
EXACTITUD DEL MÉTODO									
PARÁ METRO	ESPECIFICACIÓN		RESULTADO						
Porcentaje de recuperación (%R)									
Promedio (R)									
Conclusiones									
Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión: 03	Hoja: De:
	09	01	08		16	08	04		

FCAGC7-06B

6

FEB. 17 2009

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:	
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06	
Elaboró:	 MC. JUAN L. GARCIA R.			Revisó:	 Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA			Aprobó:	 M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS	
									Hoja 13 de 15	

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

10.4 FORMATO: FCAGC7-06C



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA

PRUEBA DE DESEMPEÑO

AREA:			FECHA:						
PRECISIÓN DEL MÉTODO									
PARAMÉTR	ESPECIFICACIÓN	RESULTADO							
Coeficiente de variación (CV)									
Conclusiones:									
LÍ MITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO		mg/L							
LÍ MITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO		mg/L							
CANTIDAD MÍNIMA CUANTIFICABLE		mg/L							
LÍ MITE SUPERIOR DE CONFIANZA									
LÍ MITE INFERIOR DE CONFIANZA									
Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión: 03	Hoja: De:
	09	01	06		16	08	04		

FCAGC7-06C

6

FEB. 17 2009

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:	
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06	
Elaboró:	 M.C. JUAN L. GARCIA R.			Revisó:	 Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA			Aprobó:	 M. en C. NORMA RAMIREZ SALINAS	
Hoja 14 de 15										

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:
GARANTÍA DE CALIDAD

TEMA:
PRUEBA DE DESEMPEÑO

10.5 FORMATO: FCAGC7-06D



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA

PRUEBA DE DESEMPEÑO

AREA:			FECHA:							
NOMBRE DEL PROCEDIMIENTO ANALITICO:										
CLAVE:										
REFERENCIA:										
CRITERIO DE CALIFICACIÓN		PARÁ METRO		ESPECIFICACIÓN						
RESULTADO										
Prueba de Fisher (ANOVA)				F calculada < F tablas						
JUSTIFICACIÓN										
OBSERVACIONES Se cumplen con el criterio correspondiente al método, por lo tanto el analista está CALIFICADO para efectuar la prueba.										
ANALISTA:			RESPONSABLE:							
FIRMA			FIRMA							
NOMBRE			NOMBRE							
Fecha de edición	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión: 03	Hoja:	De:
	09	01	06		16	08	04			

FCAGC7-06D

11 BIBLIOGRAFÍA

No aplica

12 REFERENCIAS

Estadística para Química Analítica, Miller J. C., Miller J. N., 2ª. Edición, Addison-Wesley Iberoamericana, 1993.

Standard Methods for the examination of water and wastewater, 20ª Edition, American Public Health Association, 1998.

Bio – Estadística aplicada, Reyes C. P., 4ª. Edición, Editorial Trillas, 1987.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	17	12	08		27	11	08	05	CAGC7-06
Elaboró	MC. JUAN L. GARCÍA R.			Revisó:	Q.I. SOCORRO LOPEZ ARMENTA			Aprobó:	M. en C. NORMA RAMÍREZ SALINAS
									Hoja 15 de 15

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

**QUÍMICA ANALÍTICA,
 ORGÁNICOS**

TEMA:

PLAGUICIDAS CLORADOS EN AGUA
1 OBJETIVO

Identificar y cuantificar plaguicidas clorados en muestras de agua.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Este método se puede usar para la detección y cuantificación de plaguicidas clorados en muestras de agua natural ya sean superficiales o subterráneas, en agua potable y residual.

3 DEFINICIONES

Las definiciones de Blanco de vidriería, Blanco de método, Muestra sintética, Muestra duplicada y Muestra fortificada están en el procedimiento de control de calidad analítico CAQAC7-08.

4 FUNDAMENTO

Este procedimiento tiene como referencia al método 8270D de la Agencia de Protección al Ambiente de los Estados Unidos de América. Este método consiste en la extracción líquido-líquido de los plaguicidas con diclorometano. Seguido, en caso de ser necesario, de una limpieza por cromatografía en columna usando florisil. Los extractos obtenidos son inyectados a un cromatógrafo de gases acoplado a espectrómetro de masas.

5 EQUIPO

Cromatógrafo de gases acoplado a espectrómetro de masas. Modelo, Saturno 2200
 Evaporador rotatorio Büchi modelo RE-121 con baño de temperatura regulable entre 0 y 100°C, modelo 461 o similar.
 Columna capilar VF-Xms 30m x 0.25 mm x 0.5 µm, VF-1701 MS de 30m x 0.32 mm x 1 µm, VF-Xms 30m x 0.25 mm x 0.25 µm,

Fecha de edición:	D 15	M 07	A 09	Sustituye a:	D 01	M 09	A 06	Revisión:	06	Clave:	CAQA006-03
Elaboró:	LUIS A. GONZÁLEZ ESQUIVEL			Revisó:	Q. MANUEL SÁNCHEZ ZARZA			Aprobó:	M.C. NORMA RAMÍREZ SALINAS		
Hoja 1 de 8											

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

**QUÍMICA ANALÍTICA,
ORGÁNICOS**

TEMA:

PLAGUICIDAS CLORADOS EN AGUA

6 REACTIVOS

Estándares de los plaguicidas.
Acetona grado plaguicida, pesticida o HPLC
Acetona grado reactivo
Metanol grado plaguicida pesticida o HPLC
Diclorometano grado plaguicida pesticida o HPLC
Sulfato de sodio anhídrido grado reactivo
n-hexano grado plaguicida, pesticida o HPLC
Eter etílico grado plaguicida, pesticida o HPLC
Florisil desactivado al 5%
Surrogado o sustituto
NaOH 0.05 N

7 MATERIAL

Microjeringa de 1000 µl, 500 µl, 100 µl, ,10 µl,
Matraces redondos de junta esmerilada de 500mL y 250mL 24/40
Matraces volumétricos de 10 y 100 ml
Pipetas volumétricas de 1,2,3 y 5 ml clase "A"
Columna de cromatografía descendente
Embudos de filtración rápida
Embudos de separación de 2 L
Fibra de vidrio
Viales de 1.8 mL

8 CONDICIONES DE LA MUESTRA

La muestra se debe conservarse en refrigeración a 4°C y alejada de la luz directa desde su toma hasta el momento de análisis. La extracción de la muestra debe realizarse en un lapso no mayor a 7 días . Para la toma de las muestras referirse al procedimiento CAQAC4-02.

9 INTERFERENCIAS

Las interferencias se pueden agrupar en 3 categorías

- 1.- Disolventes, y / o reactivos
- 2.- Material de laboratorio contaminado
- 3.-Partes del cromatógrafo: Gas acarreador, columnas y/o detector contaminado

Fecha de edición:	D 15	M 07	A 09	Sustituye a:	D 01	M 09	A 06	Revisión:	06	Clave:	CAQA006-03
Elaboró:	LUIS A. GONZÁLEZ ESQUIVEL			Revisó:	Q. MANUEL SÁNCHEZ ZARZA			Aprobó:	M.C. NORMA RAMÍREZ SALINAS		
Hoja 2 de 8											

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

**QUÍMICA ANALÍTICA,
 ORGÁNICOS**

TEMA:

PLAGUICIDAS CLORADOS EN AGUA

Compuestos extraídos de la matriz que causan respuesta en el detector. Las interferencias co-extraídas de las muestras pueden variar considerablemente.

Las más comunes son Interferencia de ftalatos introducidos durante la preparación de la muestra provenientes de recipientes de plástico común pueden contener cantidades variables de esteres ftálicos los cuales pueden ser extraídos durante el procesamiento de la muestra. Estas interferencias pueden ser minimizadas no permitiendo el contacto de las muestras con material de plástico y revisando los disolventes y reactivos para evitar la contaminación con este tipo de sustancias. El material de vidrio utilizado para el análisis debe ser enjuagado tan pronto como sea posible, una vez realizado el análisis con el mismo disolvente que se utilizó. Después de esto, debe ser lavado con detergente, enjuagado con agua caliente y agua desionizada.

10 PRECAUCIONES

Los plaguicidas son sustancias de una toxicidad alta por lo que se recomienda ajustarse estrictamente a los lineamientos del manual de seguridad e higiene. Particularmente en cuanto al uso de bata, guantes de protección y trabajar en campanas de extracción.

11 PROCEDIMIENTO

11.1 Temperizar las muestras a extraer

11.2 Realizar Blanco de Vidrieria de acuerdo al procedimiento CAQAO7-08.

11.3 Preparación de muestras líquidas

11.3.1 Homogenizar las muestras a extraer, transferir un litro de muestra a un embudo de separación de 2L, con la ayuda de una probeta. Con el lote de muestras a extraer preparar las muestras del control de calidad analítico (blanco de método, muestra sintética, muestra duplicada y muestra fortificada, referirse al procedimiento de control de calidad analítico CAQAC7-08.

11.3.2 Agregar un volumen conocido de una disolución de concentración conocida del sustituto a cada una de las muestras, La concentración de la disolución de sustituto utilizada debe ser la misma en todas las muestras en las que sea agregado.

Fecha de edición:	D 15	M 07	A 09	Sustituye a:	D 01	M 09	A 06	Revisión:	06	Clave:	CAQA006-03
Elaboró:	LUIS A. GONZÁLEZ ESQUIVEL			Revisó:	Q. MANUEL SÁNCHEZ ZARZA			Aprobó:	M.C. NORMA RAMÍREZ SALINAS		
Hoja 3 de 8											

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

**QUÍMICA ANALÍTICA,
ORGÁNICOS**

TEMA:

PLAGUICIDAS CLORADOS EN AGUA

11.3.3 Extraer las muestras con 100 ml de diclorometano agitando vigorosamente la muestra durante dos minutos, liberando el exceso de presión periódicamente. Pasar el extracto por una cama de sulfato de sodio anhidro y reunirlos en un matraz redondo de entrada esmerilada.

Nota: el sulfato de sodio anhidro que se utilizara, se tendrá que meter a secar en la estufa a una temperatura de 180 °C durante dos horas o toda la noche. Pasado el tiempo dejarlo enfriar en un desecador. Con el fin de eliminar el exceso de humedad que pudiera retener.

11.3.4 Repetir el paso 11.3.3 en dos ocasiones más.

11.3.5 El combinado de los extractos se concentra en el evaporador rotatorio a presión reducida teniendo cuidado de no llegar a sequedad.

11.3.6 Transferir a un vial de 1.8 ml el extracto y evaporar a flujo de nitrógeno, no olvidar enjuagar tres veces el matraz que contenía el extracto orgánico con Diclorometano o con el disolvente con el cual se extrajo la muestra si este es diferente.

11.3.7 Aforar las muestras a 1 mL e inyectar al cromatógrafo de gases.

11.3.8 En caso de que el cromatograma resultante sea muy complejo, se deberá hacer una limpieza con florisil.

11.3.9 En una columna vertical agregar aproximadamente 20g de florisil activado, añadir sulfato de sodio anhidro en la parte superior del florisil para formar una capa de 1-2 cm de profundidad.

11.3.9.1 Pre-eluir la columna con 60 mL y descartar el eluato. Justo antes de la exposición del sulfato de sodio al aire, trasvasar el extracto de la muestra en la columna (10 mL). Para completar la transferencia, dar dos enjuagues de 1 a 2 mL con hexano

11.3.9.2 Eluir la columna con 200mL de eter etílico – hexano (6/94, v/v), el flujo con el cual se deberá eluir la columna será de 5mL /min. Esta fracción se etiquetara como la primera, y todos los haloéteres están en esta fracción.

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	15	07	09		01	09	06	06	CAQA006-03
Elaboró:	Revisó:			Aprobó:			Hoja 4 de 8		
LUIS A. GONZÁLEZ ESQUIVEL	Q. MANUEL SÁNCHEZ ZARZA			M.C. NORMA RAMÍREZ SALINAS					

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

**QUÍMICA ANALÍTICA,
ORGÁNICOS**

TEMA:

PLAGUICIDAS CLORADOS EN AGUA

11.3.9.3 Eluir nuevamente la columna con 200mL de eter etílico – hexano (15/85, v/v), en un segundo matraz (Fracción 2)

11.3.9.4 Realizar una tercera elución a la columna con 200 mL de eter dietílico / hexano (50/50, v/v) en un tercer matraz (Fracción 3)

11.3.9.5 Realizar una elución final con 200 mL de eter etílico, recogiendo el eluato en otro matraz (fracción 4)

11.3.10 Ya obtenidos los extractos se concentran el rotavapor a presión reducida, teniendo cuidado de no llegar a sequedad.

11.3.11 Se trasvasan a viales de 1.8 y concentrando a flujo de nitrógeno, no olvidarse que se tienen que enjuagar 3 veces el matraz que contenía el extracto, con el disolvente utilizado para la elución

11.3.12 Aforar a 1mL e inyectar en el sistema cromatográfico, de no inyectar de manera inmediata las muestras tendrán que ser almacenadas a 4°C alejadas de la luz directa. Las muestras podrán permanecer almacenadas un tiempo no mayor a 28 días.

11.4 Curva de calibración

Solución estándar Hexaclorobenceno 1000 µg/mL

Solución estándar de mezcla de compuestos organoclorados de 1000 µg/mL

Estándar de Hexaclorobenceno

Surrogado o Sustituto

11.4.1 Preparación de solución estándar de Hexaclorobenceno de 1000 µg/mL.

Pesar aproximadamente 5 mg de hexaclorobenceno en un matraz volumétrico de 5mL, en una balanza analítica y disolver con acetona grado plaguicida y aforar a la marca del matraz. Transferir a viales debidamente etiquetados y guardarlos en refrigeración a 4°C.

11.4.2 Preparación de solución estándar de compuestos organoclorados de 100 µg/mL.

Agregar a un vial de 1.8 mL 800 µL de acetona grado plaguicida con una jeringa de 1000 µL graduada y previamente enjuagada con acetona grado plaguicida.

Tomar con jeringa de 100 µL previamente enjuagada con acetona grado plaguicida 100

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	15	07	09		01	09	06	06	CAQAO06-03
Elaboró:	Revisó:			Aprobó:			Hoja 5 de 8		
LUIS A. GONZÁLEZ ESQUIVEL	Q. MANUEL SÁNCHEZ ZARZA			M.C. NORMA RAMÍREZ SALINAS					

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

**QUÍMICA ANALÍTICA,
 ORGÁNICOS**

TEMA:

PLAGUICIDAS CLORADOS EN AGUA

µL de la solución de 1000 µg/mL de hexaclorobenceno y depositar en el vial que contiene la acetona, además agregar con jeringa 100 µL de estándar de compuestos organoclorados. Tapar y homogeneizar.

11.4.3 Preparación de solución estándar de 10 µg/mL compuestos organoclorados.

De la solución anterior tomar con jeringa de 100 µL y depositar en un vial conteniendo 900 µL de acetona, tapar y homogeneizar.

11.4.4 Preparación de solución de 1 µg/mL de estándar de compuestos organoclorados.

Tomar 100 µL de solución estándar de 10 µg/mL con jeringa de 100 µg/mL y depositar en un vial de 1.8 mL conteniendo 900 µL de acetona, tapar y homogeneizar.

11.4.5 Preparación de estándar surrogado de 1000 µg/mL.

Pesar aproximadamente 5 mg de surrogado en un matraz volumétrico de 5 mL en balanza analítica, disolver y aforar con metanol grado HPLC a la marca.

11.4.6 Preparación de estándar de surrogado de 100 µg/mL.

A partir de la solución anterior tomar 100 µL con jeringa de 100 µL en un vial de 1.8 mL conteniendo 900 µL de metanol grado HPLC, tapar y homogeneizar.

11.4.7 Preparación de estándar surrogado de 9 µg/mL.

Tomar 90 µL de solución estándar de surrogado de 100 µg/mL con jeringa de 100 µL y depositar en vial conteniendo previamente 900 µL de metanol grado HPLC, tapar y homogeneizar.

11.4.8 Preparación de la curva de calibración.

Preparar la curva de calibración de 0,01- 1,0 µg/mL en viales de 1.8 mL y a un volumen final de 1 mL tomando los siguientes volúmenes de las soluciones estándar que se indican en las siguientes tablas

Interpretación de resultados

Fecha de edición:	D	M	A	Sustituye a:	D	M	A	Revisión:	Clave:
	15	07	09		01	09	06	06	CAQAO06-03
Elaboró:	Revisó:			Aprobó:			Hoja 6 de 8		
LUIS A. GONZÁLEZ ESQUIVEL	Q. MANUEL SÁNCHEZ ZARZA			M.C. NORMA RAMÍREZ SALINAS					

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

**QUÍMICA ANALÍTICA,
 ORGÁNICOS**

TEMA:

PLAGUICIDAS CLORADOS EN AGUA

Soluciones de 0,01-0,3 a partir de solución de 1 µg/mL.

Volumen de solución estándar de 1 µg/mL	Vol. de surrogado 9 µg/mL	Volumen de acetona en	Concentración final µg/mL
10 (µL)	50(µL)	940(µL)	0,01
30(µL)	50(µL)	920(µL)	0,03
50(µL)	50(µL)	900(µL)	0,05
100(µL)	50(µL)	850(µL)	0,1
200(µL)	50(µL)	750(µL)	0,2
300(µL)	50(µL)	650(µL)	0,3

Soluciones de 0,5-1,0 µg/mL a partir de solución de 10 µg/mL.

Volumen de solución de 10 µg/mL	Volumen de surrogado de 9 µg/mL	Volumen en acetona	Concentración final en µg/mL
50 (uL)	50 (uL)	900 (uL)	0,50
70 (uL)	50 (uL)	880 (uL)	0,70
90 (uL)	50 (uL)	860 (uL)	0,90
100 (uL)	50 (uL)	850 (uL)	1,0

Una vez preparados las soluciones estándar de la curva de calibración inyectarlas en el cromatógrafo empleando el método correspondiente a compuestos organoclorados.

Las señales en los cromatogramas que coincidan con los tiempos de retención de los estándares ± 0.1 min y cuyo espectro de masas coincida con el de referencia serán tomadas como positivas, siendo evidencia de la presencia del (los) plaguicida (s) en la muestra. Los criterios de aceptación de resultados se encuentran en el procedimiento CAQAC7-08.

12 CÁLCULOS

12.1 Hacer la integración bajo la curva de las señales que coincidan en tiempo de retención con los estándares.

12.2 Llevar a cabo el ajuste de la curva y el cálculo del coeficiente de correlación estadísticamente. Determinar por este medio la pendiente, ordenada al origen y coeficiente de correlación.

Fecha de edición:	D 15	M 07	A 09	Sustituye a:	D 01	M 09	A 06	Revisión:	06	Clave:	CAQA006-03
Elaboró:	LUIS A. GONZÁLEZ ESQUIVEL			Revisó:	Q. MANUEL SÁNCHEZ ZARZA			Aprobó:	M.C. NORMA RAMÍREZ SALINAS		
											Hoja 7 de 8

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

AREA:

**QUÍMICA ANALÍTICA,
 ORGÁNICOS**

TEMA:

PLAGUICIDAS CLORADOS EN AGUA

12.3 Interpolar los valores de las áreas de los picos de las muestras positivas en la curva de calibración de los estándares.

12.4 En caso de que alguna muestra presente analitos en concentraciones mayores a los ámbitos de la curva de calibración, se preparará una nueva curva de calibración que cubra el rango de concentración del analito en la muestra o se diluirá el extracto.

13 FORMATOS

No aplica

14 BIBLIOGRAFÍA
USEPA Method 3620B. Florisil Cleanup.1996

USEPA Method 508. Determination of Chlorinated Pesticides in Water by Gas Chromatography with an Electron Capture Detector - Revision 3.1. 1995

Método USEPA 8081B. Plaguicidas organoclorados mediante cromatografía de gases.

15 REFERENCIAS

US-EPA. METHOD 8270D. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS).1998

Fecha de edición:	D 15	M 07	A 09	Sustituye a:	D 01	M 09	A 06	Revisión:	06	Clave:	CAQA006-03
Elaboró:	LUIS A. GONZÁLEZ ESQUIVEL			Revisó:	Q. MANUEL SÁNCHEZ ZARZA			Aprobó:	M.C. NORMA RAMÍREZ SALINAS		
Hoja 8 de 8											

ANEXO B



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA

PRUEBA DE DESEMPEÑO LINEALIDAD DEL MÉTODO

Parámetro: HCB

Analista:

Fecha: 2009-01-30

CROMATOGRAFO: VARIAN

Se introducen los valores de K0 y K1 de una de las tres curvas de calibración, obtenidos del cromatografo de gases varian o en su defecto calcular la m y la b en el programa excel tomando en cuenta que el área es la variable independiente y la concentración es la variable dependiente.

Ecuación $C = K0 + (K1 * A)$ ó $Conc. = b + (m * A)$ **Curva (archivo, bitácora, folio): HCB LAG1**
 K0 ó b = 1178
 K1 ó m = 103716

concentración mg/L x	Area cuentas	Area cuentas	Area cuentas	concentración obtenida1 Y ₁	concentración obtenida2 Y ₂	concentración obtenida3 Y ₃	suma conc. teórica X mg/L	suma de las conc. obtenidas Y mg/L	x*Y	x ²	Y ²
0,01	2614	2186	1924	271114802	226724354	199550762	0,03	697389918	6973899,18	0,0003	1,64728E+17
0,02	3885	3327	3075	402937838	345064310	318927878	0,06	1066930026	21338600,5	0,0012	3,83143E+17
0,04	6607	5206	5144	685252790	539946674	533516282	0,12	1758715746	70348629,8	0,0048	1,04575E+18
0,05	7095	6441	6272	735866198	668035934	650507930	0,15	2054410062	102720503	0,0075	1,41093E+18
0,1	13262	11547	12376	1375482770	1197609830	1283590394	0,3	3856682994	385668299	0,03	4,97383E+18

No de curvas	n=	3	sumatoria =	0,66	ΣX	9434128746	ΣY	587049932	Σx*Y	0,0438	Σx ²	7,97838E+18	Σy ²
puntos de la curva	t=	5											
pendiente	m=	1,165E+10											
intercepción	b=	116359006											
	c=	2579224008											
	d=	0,2214											
	e=	3,0673E+19											
	f=	6,6524E+18											
	r ² =	0,97959134											
coeficiente de correlación	r=	0,98974307											

Conclusión: cumple criterio de acuerdo al punto 9 del procedimiento CAGC7-06



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA

PRUEBA DE DESEMPEÑO LINEALIDAD DEL MÉTODO

Parámetro: HEPTACLORO

Analista:

Fecha: 2009-01-30

CROMATOGRAFO: VARIAN

Se introducen los valores de K0 y K1 de una de las tres curvas de calibración, obtenidos del cromatografo de gases varian o en su defecto calcular la m y la b en el programa excel tomando en cuenta que el área es la variable independiente y la concentración es la variable dependiente.

Ecuación $C = K0 + (K1 * A)$ ó $Conc. = b + (m * A)$
 K0 ó b = 444
 K1 ó m = 58606

Curva (archivo, bitácora, folio): **HEPTACLORO LAG1**

concentración mg/L x	Area cuentas	Area cuentas	Area cuentas	concentración obtenida1 y1	concentración obtenida2 y2	concentración obtenida3 y3	suma conc. teórica X mg/L	suma de las conc. obtenidas Y mg/L	x*Y	x ²	y ²
0,01	1028	978	840	60247412	57317112	49229484	0,03	166794008	1667940,08	0,0003	9,33854E+15
0,02	1759	1677	1369	103088398	98282706	80232058	0,06	281603162	5632063,24	0,0012	2,67239E+16
0,04	3072	2757	2528	180038076	161577186	148156412	0,12	489771674	19590867	0,0048	8,04712E+16
0,05	3867	3410	3063	226629846	199846904	179510622	0,15	605987372	30299368,6	0,0075	1,23524E+17
0,1	6719	6293	5947	393774158	368808002	348530326	0,3	1111112486	111111249	0,03	4,12551E+17

No de curvas
 puntos de la curva
 pendiente
 intercepción

n= 3
 t= 5
 m= 3487104647
 b= 23585309
 c= 772044969
 d= 0,2214
 e= 2,7387E+18
 f= 5,9605E+17
 r²= 0,98303098
 r= 0,99147919

sumatoria = 0,66 ΣX 2655268702 ΣY 168301487 ΣX*Y 0,0438 ΣX² 6,52608E+17 ΣY²

Conclusión: cumple criterio de acuerdo al punto 9 del procedimiento CAGC7-06

coeficiente de correlación



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA

PRUEBA DE DESEMPEÑO LINEALIDAD DEL MÉTODO

Parámetro: ALDRIN
Analista: VARIAN
Fecha: 2009-01-30

Se introducen los valores de K0 y K1 de una de las tres curvas de calibración, obtenidos del cromatografo de gases varian o en su defecto calcular la m y la b en el programa excel tomando en cuenta que el área es la variable independiente y la concentración es la variable dependiente.

Ecuación $C = K0 + (K1 \cdot A)$ ó $Conc. = b + (m \cdot A)$
 K0 ó b = 2224
 K1 ó m = 95513
 Curva (archivo,bitácora,folio): **ALDRIN LAG1**

conc.teórica mg/L x	Area cuentas	Area cuentas	Area cuentas	conc. obtenida1 Y ₁	conc. obtenida2 Y ₂	conc. obtenida3 Y ₃	suma conc. teórica X mg/L	suma de las conc. obtenidas Y mg/L	x*Y	x ²	y ²
0,01	3178	3162	2527	303542538	302014330	241363575	0,03	846920443	8469204,43	0,0003	2,41607E+17
0,02	4924	3811	3650	470308236	364002267	348624674	0,06	1182935177	23658703,5	0,0012	4,75227E+17
0,04	6638	5936	6005	634017518	566967392	573557789	0,12	1774542699	70981708	0,0048	1,0524E+18
0,05	7998	7677	6546	763915198	733255525	625230322	0,15	2122401045	106120052	0,0075	1,51214E+18
0,1	12918	11546	11108	1233839158	1102795322	1060960628	0,3	3397595108	339759511	0,03	3,86415E+18

No de curvas	n=	3	sumatoria =	0,66	9324394472	548989179	0,0438	7,14553E+18
puntos de la curva	t=	5		ΣX	ΣY	$\Sigma X \cdot Y$	ΣX^2	ΣY^2
pendiente	m=	9398090936						
intercepción	b=	208110297						
	c=	2080737333						
	d=	0,2214						
	e=	2,0239E+19						
	f=	4,3295E+18						
	r ² =	0,96622034						
coeficiente de correlación	r=	0,98296508						

Conclusión: cumple criterio de acuerdo al punto 9 del procedimiento CAGC7-06



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA

PRUEBA DE DESEMPEÑO LINEALIDAD DEL MÉTODO

Parámetro: CLORDANO

Analista:

Fecha: 2009-01-30

CROMATOGRAFO: VARIAN

Se introducen los valores de K0 y K1 de una de las tres curvas de calibración, obtenidos del cromatografo de gases varian o en su defecto calcular la m y la b en el programa excel tomando en cuenta que el área es la variable independiente y la concentración es la variable dependiente.

Ecuación $C = K0 + (K1 * A)$ ó $Conc. = b + (m * A)$
 K0 ó b = 2721
 K1 ó m = 298060

Curva (archivo, bitácora, folio): **CLORDANO LAG1**

concentración mg/L	Area cuentas	Area cuentas	Area cuentas	concentración Y ₁	concentración obtenida2 Y ₂	concentración obtenida3 Y ₃	suma conc. teórica X mg/L	suma de las conc. obtenidas Y mg/L	X*Y	X ²	Y ²
0,01	5774	5345	5141	1721001161	1593133421	1532329181	0,03	4846463763	48464637,6	0,0003	7,84795E+18
0,02	9808	9186	8231	2923375201	2737981881	2453334581	0,06	8114691663	162293883	0,0012	2,20615E+19
0,04	16441	14477	13934	4900407181	4315017341	4153170761	0,12	13368595283	534743811	0,0048	5,98822E+19
0,05	21802	17657	17670	6498306841	5262848141	5266722921	0,15	1702787903	851393895	0,0075	9,76639E+19
0,1	38137	32511	34712	1,1367E+10	9690231381	10346261441	0,3	31403609763	3140360976	0,03	3,30157E+20

No de curvas
puntos de la curva
pendiente
intercepción

n= 3
t= 5
m= 9,8087E+10
b= 668258895
c= 2,1716E+10
d= 0,2214
e= 2,1749E+21
f= 4,716E+20
f²= 0,9793794
r= 0,98963599

sumatoria = 0,66
ΣX
74761238375
ΣY
4737257154
ΣX*Y
0,0438
ΣX²
5,17613E+20
ΣY²

Conclusión: cumple criterio de acuerdo al punto 9 del procedimiento CAGC7-06

coeficiente de correlación

PRUEBA DE DESEMPEÑO LINEALIDAD DEL MÉTODO

Parámetro: DIELDRIN

Analista:

Fecha: 2009-01-30

CROMATOGRAFO: VARIAN

Se introducen los valores de K0 y K1 de una de las tres curvas de calibración, obtenidos del cromatografo de gases varían o en su defecto calcular la m y la b en el programa excel tomando en cuenta que el área es la variable independiente y la concentración es la variable dependiente.

Ecuación $C = K0 + (K1 * A)$ ó $Conc. = b + (m * A)$
 K0 ó b = 247
 K1 ó m = 38489

Curva (archivo.bitácora,folio): **DIELDRIN LAG1**

concentración mg/L X	Area cuentas	Area cuentas	Area cuentas	concentración obtenida1 Y1	concentración obtenida2 Y2	concentración obtenida3 Y3	suma conc. teórica X mg/L	suma de las conc. obtenidas Y mg/L	X*Y	X ²	Y ²
0,01	792	610	653	30483535	23478537	25133564	0,03	79095636	790956,36	0,0003	2,11218E+15
0,02	1479	1202	913	56925478	46264025	35140704	0,06	138330207	2766604,14	0,0012	6,61574E+15
0,04	2235	1864	1743	86023162	71743743	67086574	0,12	224853479	8994139,16	0,0048	1,70478E+16
0,05	2694	2197	2350	103304723	84560580	90449397	0,15	278314700	13915735	0,0075	2,60035E+16
0,1	4513	3945	4042	173701104	151893352	155572785	0,3	481113241	48111324,1	0,03	7,74302E+16

No de curvas	n=	3	sumatoria =	0,66	ΣX	1201707263	ΣY	74578758,8	ΣX*Y	0,0438	ΣX ²	1,29209E+17	ΣY ²
puntos de la curva	t=	5											
pendiente	m=	1470436259											
intercepción	b=	15414622,1											
	c=	325554568											
	d=	0,2214											
	e=	4,9404E+17											
	f=	1,0599E+17											
	r ² =	0,9689667											
coeficiente de correlación	r=	0,98436106											

Conclusión: cumple criterio de acuerdo al punto 9 del procedimiento CAGC7-06

PRUEBA DE DESEMPEÑO LINEALIDAD DEL MÉTODO

Parámetro: ENDRIN

Analista:

Fecha: 2009-01-30

CROMATOGRAFO: VARIAN

Se introducen los valores de K0 y K1 de una de las tres curvas de calibración, obtenidos del cromatografo de gases varian o en su defecto calcular la m y la b en el programa excel tomando en cuenta que el área es la variable independiente y la concentración es la variable dependiente.

Ecuación $C = K_0 + (K_1 \cdot A)$ ó $\text{Conc.} = b + (m \cdot A)$
 K0 ó b = 68
 K1 ó m = 11923

Curva (archivo,bitácora,folio): **ENDRIN LAG1**

concentración mg/L x	Area cuentas	Area cuentas	Area cuentas	concentración obtenida1 y ₁	concentración obtenida2 y ₂	concentración obtenida3 y ₃	suma conc. teórica X mg/L	suma de las conc. obtenidas Y mg/L	x*Y	x ²	y ²
0,01	198	184	161	2360822	2193900	1919671	0,03	6474393	64743,93	0,0003	1,40718E+13
0,02	418	317	305	4983882	3779659	3636583	0,06	12400124	248002,48	0,0012	5,23496E+13
0,04	693	715	569	8262707	8525013	6784255	0,12	23571975	942879	0,0048	1,86974E+14
0,05	873	811	680	10408847	9669621	8107708	0,15	28186176	1409308,8	0,0075	2,67581E+14
0,1	1613	1626	1242	19231867	19386866	14808434	0,3	53427167	5342716,7	0,03	9,65005E+14

No de curvas	n=	3	sumatoria =	0,66	ΣX	124059835	ΣY	8007650,91	ΣX*Y	0,0438	ΣX ²	1,48598E+15	ΣY ²
puntos de la curva	t=	5											
pendiente	m=	172697708											
intercepción	b=	671956,515											
	c=	38235272,6											
	d=	0,2214											
	e=	6,8989E+15											
	f=	1,4619E+15											
	r ² =	0,95713311											
coeficiente de correlación	r=	0,98											

Conclusión: cumple criterio de acuerdo al punto 9 del procedimiento CAGC7-06



LABORATORIO DE CALIDAD DEL AGUA

PRUEBA DE DESEMPEÑO LINEALIDAD DEL MÉTODO

Parámetro: DDT

Analista:

Fecha: 2009-01-30

CROMATOGRAFO: VARIAN

Se introducen los valores de K0 y K1 de una de las tres curvas de calibración, obtenidos del cromatograma de gases varían o en su defecto calcular la m y la b en el programa excel tomando en cuenta que el área es la variable independiente y la concentración es la variable dependiente.

Ecuación $C = K0 + (K1 * A)$ ó $Conc. = b + (m * A)$
 K0 ó b = 191
 K1 ó m = 65871

Curva (archivo, bitácora, folio): **DDT LAG1**

concentración mg/L	Área cuentas	Área cuentas	Área cuentas	Y ₁ concentración obtenida1	Y ₂ concentración obtenida2	Y ₃ concentración obtenida3	suma conc. teórica X mg/L	suma de las conc. obtenidas Y mg/L	X*Y	X ²	Y ²
0,01	999	881	773	65805320	58032542	50918474	0,03	174756336	1747563,36	0,0003	1,02908E+16
0,02	1337	1383	1181	88069718	91099784	77793842	0,06	256963344	5139266,88	0,0012	2,21073E+16
0,04	1945	2716	2105	128119286	178905827	138658646	0,12	445683759	17827350,4	0,0048	6,76481E+16
0,05	2823	3413	3122	185954024	224817914	205649453	0,15	616421391	30821069,6	0,0075	1,27414E+17
0,1	5324	6837	6615	350697395	450360218	435736856	0,3	1236794469	12367944,7	0,03	5,1568E+17

No de curvas	n=	3	sumatoria =	0,66	ΣX	2730619299	ΣY	179214697	ΣX*Y	0,0438	ΣX ²	7,43139E+17	ΣY ²
puntos de la curva	t=	5											
pendiente	m=	4001859613											
intercepción	b=	5959463,61											
	c=	886011718											
	d=	0,2214											
	e=	3,6908E+18											
	f=	7,8502E+17											
	r ² =	0,96068179											
coeficiente de correlación	r=	0,98014376											

Conclusión: cumple criterio de acuerdo al punto 9 del procedimiento CAGC7-06

ANEXO C

PRUEBA DE DESEMPEÑO ALDRIN

HOJA DE CÁLCULO

CROMATOGRAFO: VARIAN 3800

LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

PROM

BLANCOS= 0 0 µg/L
t 99% = 4,541

LDM = B + (t) (S)

LDM = (0,0 µg/L) + (4,541) (0,001444094 µg/L)

LDM = 0,006

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

LCM = 10 S + X

LCM = 10 (0,001444094 µg/L) + (0,01080485 µg/L)

LCM = 0,03 µg/L

BLANCOS	MUESTRA	CONC. CUANTIFICADA µg/L	CONC. TEÓRICA µg/L	RECUPERACIÓN (R) %
0	STD1	0,0103	0,01	102,85
0	STD2	0,0096	0,01	96,10
0	STD3	0,0104	0,01	104,20
0	STD4	0,0129	0,01	129,05
0	STD5	0,0082	0,01	82,27
0	STD6	0,0077	0,01	76,90
0	STD7	0,0107	0,01	107,00

Prom. 4 mtras. sintéticas	X	0,01080	PROM R	99,7663
Desv. 4 mtras. sintéticas	S	0,00144	SR	17,2304
PROM. BCOS	B	0	R y SR de las 7	
	Sbco	0	mtras. sintéticas	

REPETIBILIDAD DEL MÉTODO:

Coefficiente de Variación

CV = (SR/R) * 100

CV = [(22,1111)/(93,1863)] * 100%

CV = 17,27
Cumple criterio

EXACTITUD DEL MÉTODO:

Conc. Teórica = 0,01 Conc. Cuantificada promedio = 0,00998
de los 7 estándares

Exactitud = (Conc. cuantificada prom./Conc Teórica) * 100

Exactitud = (0,01080485 µg/L) / (0,01 µg/L) * 100

Exactitud = 99,77 Cumple criterio

LIMITES DE CONFIANZA:

LC = R ± ((t95%) * SR/n)

t95% = 2,447

n = 7

SR = 17,2304

LCS = 93,1863 % + (22,1111/7)


LCS = 105,79

LCI = 93,1863 % - (2,447 * 22,1111/7)

LCI = 93,74

SESGO 8%

ANALISTA:


Luis A. González E.

SUPERVISOR:


Manuel Sánchez Z.

PRUEBA DE DESEMPEÑO DIELDRIN

HOJA DE CÁLCULO

CROMATOGRAFO: VARIAN 3800

LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

PROM

BLANCOS=

0

0 µg/L

t 99% = 4,541

LDM = B + (t) (S)

LDM = (0,0 µg/L) + (4.541) (0,00101 µg/L)

LDM =

0,005

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

LCM = 10 S + X

LCM = 10 (0,00101µg/L)+(0,01131µg/L)

LCM =

0,02 µg/L

BLANCOS	MUESTRA	CONC. CUANTIFICADA µg/L	CONC. TEÓRICA µg/L	RECUPERACIÓN (R) %
0	STD1	0,0102	0,01	101,70
0	STD2	0,0108	0,01	108,20
0	STD3	0,0125	0,01	124,53
0	STD4	0,0118	0,01	117,78
0	STD5	0,0124	0,01	124,27
0	STD6	0,0117	0,01	117,30
	STD7	0,0134	0,01	134,15
Prom. 4 mtras. sintéticas	X	0,01131		PROM R 118,2759
Desv. 4 mtras sintéticas	S	0,00101		SR 10,8356
PROM. BCOS	B	0		R y SR de las 7
	Sbco	0		mtras sintéticas

REPETIBILIDAD DEL MÉTODO:

Coefficiente de Variación

CV = (SR/R) *100

CV = [(10,8356/(118,2759)]*100%

CV = 9,16

Cumple criterio

EXACTITUD DEL MÉTODO:

Conc. Teórica = 0,01

Conc. Cuantificada promedio =

0,01183

de los 7 estándares

Exactitud = (Conc.cuantificada prom./Conc Teórica)*100

Exactitud = (0,01131µg/L)/0,01µg/L)*100

Exactitud =

118,28 Cumple criterio

LIMITES DE CONFIANZA:

LC=R ± ((t95%)*SR/n)

t95%= 2,447

n= 7

SR= 10,8356

LCS = 118,2759 % + (10,8356/7)

LCS =

122,06

LCI = 118,2759 % - (2,447* 10,8356/7)


LCI =

114,49


SESGO

13%

ANALISTA:


Luis A. González E.

SUPERVISOR:


Manuel Sánchez Z.

PRUEBA DE DESEMPEÑO HEXACLOROBENCENO

HOJA DE CÁLCULO

CROMATOGRAFO: VARIAN 3800

LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

PROM

BLANCOS= 0 0 µg/L

t 99% = 4,541

LDM = B + (t) (S)

LDM = (0,0 µg/L) + (4,541) (0,00084 µg/L)

LDM = 0,004 µg/L

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

LCM = 10 S + X

LCM = 10 (0,00084 µg/L) + (0,00984 µg/L)

LCM = 0,02 µg/L

BLANCOS	MUESTRA	CONC. CUANTIFICADA µg/L	CONC. TEÓRICA µg/L	RECUPERACIÓN (R) %
0	STD1	0,0100	0,01	100,09
0	STD2	0,0093	0,01	93,02
0	STD3	0,0091	0,01	90,80
0	STD4	0,0110	0,01	109,50
0	STD5	0,0085	0,01	85,10
0	STD6	0,0106	0,01	106,21
0	STD7	0,0114	0,01	113,53
Prom. 4 mtras. sintéticas	X	0,00984		PROM R 99,7497
Desv. 4 mtras. sintéticas	S	0,00084		SR 10,5421
PROM.BCOS	B	0		R y SR de las 7 mtras. sintéticas
	Sbco	0		

REPETIBILIDAD DEL MÉTODO:

Coefficiente de Variación

CV = (SR/R) * 100

CV = [(10,5421)/(99,7497)] * 100%

CV = 10,57
Cumple criterio

EXACTITUD DEL MÉTODO:

Conc. Teórica = 0,01

Conc. Cuantificada promedio = 0,00997
de los 7 estándares

Exactitud = (Conc. cuantificada prom./Conc Teórica)*100

Exactitud = (0,00984 µg/mL)/0,01 µg/mL * 100

Exactitud = 99,75 Cumple criterio

LIMITES DE CONFIANZA:

LC = R ± ((t95%)*SR/n)

t95% = 2,447

n = 7

SR = 10,5421

LCS = 99,7497 % + (2,447 * 10,5421/7)

LCS = 103,43

LCI = 99,7497 % - (2,447 * 10,5421/7)

LCI = 96,06

SESGO 2%

ANALISTA:

Luis A. González E.

SUPERVISOR:

Manuel Sánchez Z.

PRUEBA DE DESEMPEÑO HEPTACLORO

HOJA DE CÁLCULO

CROMATOGRAFO: VARIAN 3800

LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

PROM

BLANCOS= 0 0 µg/L

t 99% = 4,541

LDM = B + (t) (S)

LDM = (0,0 µg/L) + (4.541) (0,00011 µg/L)

LDM = 0,0005

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

LCM = 10 S + X

LCM = 10 (0,00011 µg/L) + (0,00953 µg/L)

LCM = 0,01 µg/L

BLANCOS	MUESTRA	CONC. CUANTIFICADA µg/L	CONC. TEÓRICA µg/L	RECUPERACIÓN (R) %
0	STD1	0,0094	0,01	94,15
0	STD2	0,0096	0,01	96,10
0	STD3	0,0095	0,01	94,70
0	STD4	0,0096	0,01	96,44
0	STD5	0,0087	0,01	87,30
0	STD6	0,0075	0,01	75,17
	STD7	0,0088	0,01	88,20
Prom. 4 mtras. sintéticas	X	0,00953		PROM R 90,2946
Desv. 4 mtras sintéticas	S	0,00011		SR 7,6146
PROM.BCOS	B	0		R y SR de las 7 mtras sintéticas
	Sbco	0		

REPETIBILIDAD DEL MÉTODO:

Coefficiente de Variación

CV = (SR/R) *100

CV = [(7,6146)/(90,2946)]*100%

CV = 8,43
Cumple criterio

EXACTITUD DEL MÉTODO:

Conc. Teórica = 0,01

Conc. Cuantificada promedio = 0,00903
de los 7 estándares

Exactitud = (Conc.cuantificada prom./Conc Teórica)*100

Exactitud = (0,00953485µg/L)/0,01µg/L)*100

Exactitud = 90,29 Cumple criterio

LIMITES DE CONFIANZA:

LC=R ± ((t95%)*SR/n)

t95%= 2,447

n= 7

SR= 7,614587029

LCS = 90,2946 % + (2,447* 7,6146/7)

LCS = 92,96

LCI = 90,2946 % - (2,447* 7,6146/7)

LCI = 87,63

SESGO

5%

ANALISTA:

Luis A. González E.

SUPERVISOR:

Manuel Sánchez Z.

PRUEBA DE DESEMPEÑO CLORDANO

HOJA DE CÁLCULO

CROMATOGRAFO: VARIAN 3800

LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

PROM

BLANCOS= 0 0 µg/L

t 99% = 4,541

LDM = B + (t) (S)

LDM = (0,0 µg/L) + (4.541) (0,000144 µg/L)

LDM = 0,001

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

LCM = 10 S + X

LCM = 10 (0,000144438 µg/L) + (0,008432 µg/L)

LCM = 0,01 µg/L

BLANCOS	MUESTRA	CONC. CUANTIFICADA µg/L	CONC. TEÓRICA µg/L	RECUPERACIÓN (R) %
0	STD1	0,0084	0,01	83,68
0	STD2	0,0086	0,01	86,40
0	STD3	0,0084	0,01	84,11
0	STD4	0,0083	0,01	83,11
0	STD5	0,0073	0,01	73,20
0	STD6	0,0065	0,01	65,10
0	STD7	0,0067	0,01	67,42
Prom. 4 mtras. sintéticas	X	0,008432		PROM R 77,5739
Desv. 4 mtras sintéticas	S	0,000144		SR 8,8162
PROM.BCOS	B	0		R y SR de las 7 mtras sintéticas
	Sbco	0		

REPETIBILIDAD DEL MÉTODO:

Coefficiente de Variación

CV = (SR/R) * 100

CV = [(8,8162)/(77,5739)] * 100%

CV = 11,36

Cumple criterio

EXACTITUD DEL MÉTODO:

Conc. Teórica = 0,01

Conc. Cuantificada promedio = 0,00776
de los 7 estándares

Exactitud = (Conc.cuantificada prom./Conc Teórica)*100

Exactitud = (0,008432425 µg/L)/0,01 µg/L * 100

Exactitud = 77,57 Cumple criterio

LIMITES DE CONFIANZA:

LC=R ± ((t95%)*SR/n)

t95% = 2,447

n = 7

SR = 8,81621

LCS = 77,5739 % + (8,81621*2,447/7)

LCS = 80,66

LCI = 77,5739 % - (2,447* 8,81621/7)

LCI = 74,49

SESGO

16%

ANALISTA:


Luis A. González E.

SUPERVISOR:


Manuel Sánchez Z.

PRUEBA DE DESEMPEÑO ENDRIN

HOJA DE CÁLCULO

CROMATOGRAFO: VARIAN 3800

LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

PROM

BLANCOS= 0 0 µg/L

t 99% = 4,541

LDM = B + (t) (S)

LDM = (0,0 µg/L) + (4.541) (0,00087 µg/L)

LDM = 0,004

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

LCM = 10 S + X

LCM = 10 (0,00087 µg/L) + (0,00753 µg/L)

LCM = 0,02 µg/L

BLANCOS	MUESTRA	CONC. CUANTIFICADA µg/L	CONC. TEÓRICA µg/L	RECUPERACIÓN (R) %
0	STD1	0,0086	0,01	86,10
0	STD2	0,0072	0,01	71,86
0	STD3	0,0077	0,01	77,45
0	STD4	0,0066	0,01	65,65
0	STD5	0,0068	0,01	68,13
0	STD6	0,0061	0,01	61,30
	STD7	0,0053	0,01	53,20
Prom. 4 mtras. sintéticas	X	0,00753		PROM R 69,0986
Desv. 4 mtras sintéticas	S	0,00087		SR 10,7458
PROM. BCOS	B	0		R y SR de las 7 mtras sintéticas
	Sbco	0		

REPETIBILIDAD DEL MÉTODO:

Coefficiente de Variación

CV = (SR/R) * 100

CV = [(10,7458)/(69,0986)] * 100%

CV = 15,55
Cumple criterio

EXACTITUD DEL MÉTODO:

Conc. Teórica = 0,01

Conc. Cuantificada promedio = 0,00691
de los 7 estándares

Exactitud = (Conc. cuantificada prom./Conc Teórica) * 100

Exactitud = (0,000753 µg/L) / (0,01 µg/L) * 100

Exactitud = 69,10 Cumple criterio

LIMITES DE CONFIANZA:

LC = R ± ((t95%) * SR/n)

t95% = 2,447

n = 7

SR = 10,74580139

LCS = 69,0986 % + (2,447 * 10,7458)

LCS = 72,85

LCI = 69,0986 % - (2,447 * 10,7458/7)

LCI = 65,34

SESGO

25%

ANALISTA:

Luis A. González E.

SUPERVISOR:

Manuel Sánchez Z.

PRUEBA DE DESEMPEÑO DDT

HOJA DE CÁLCULO

CROMATOGRAFO: VARIAN 3800

LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

PROM

BLANCOS= 0 0 µg/L

t 99% = 4,541

LDM = B + (t) (S)

LDM = (0,0 µg/L) + (4.541) (0,000235 µg/L)

LDM = 0,001

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

LCM = 10 S + X

LCM = 10 (0,000235µg/L) + (0,009940µg/L)

LCM = 0,01 µg/L

BLANCOS	MUESTRA	CONC. CUANTIFICADA mg/L	CONC. TEÓRICA mg/L	RECUPERACIÓN (R) %
0	STD1	0,0102	0,01	101,70
0	STD2	0,0100	0,01	99,50
0	STD3	0,0100	0,01	100,23
0	STD4	0,0096	0,01	96,16
0	STD5	0,0118	0,01	117,58
0	STD6	0,0120	0,01	119,99
	STD7	0,0155	0,01	154,80
Prom. 4 mtras. sintéticas	X	0,009940		PROM R 112,8504
Dev. 4 mtras sintéticas	S	0,000235		SR 20,7110
PROM. BCOS	B	0		R y SR de las 7
	Sbco	0		mtras sintéticas

REPETIBILIDAD DEL MÉTODO:

Coefficiente de Variación

CV = (SR/R) * 100

CV = [(20,7110)/(112,8504)] * 100%

CV = 18,35
Cumple criterio

EXACTITUD DEL MÉTODO:

Conc. Teórica = 0,01

Conc. Cuantificada promedio = 0,011285
de los 7 estándares

Exactitud = (Conc. cuantificada prom./Conc Teórica)*100

Exactitud = (0,009940µg/mL)/0,01µg/mL * 100

Exactitud = 112,85 Cumple criterio

LIMITES DE CONFIANZA:

LC=R ± ((t95%)*SR/n)

t95% = 2,447

n = 7

SR = 20,7110

LCS = 112,8504 % + (20,7110/7)

LCS = 120,09

LCI = 112,8504 % - (2,447* 20,7110/7)

LCI = 105,61

SESGO

1%

ANALISTA:

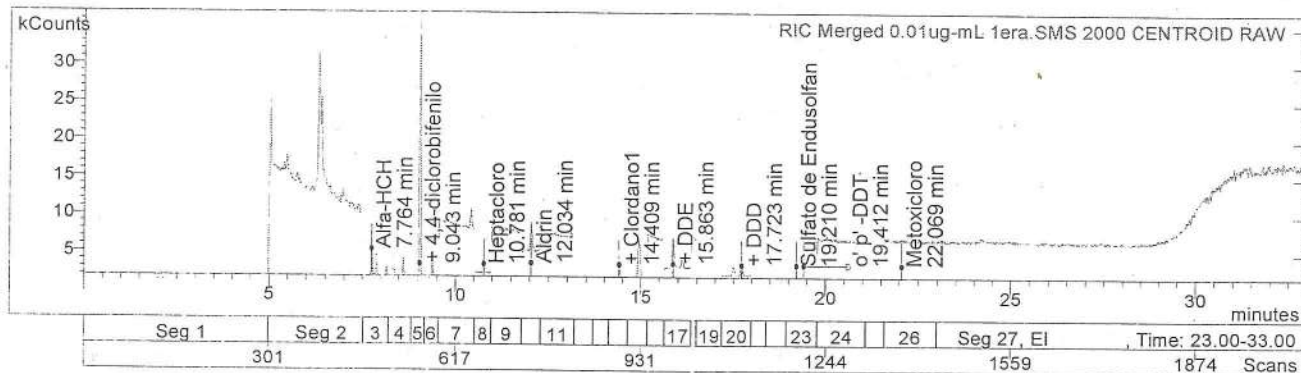
Luis A. González E.

SUPERVISOR:

Manuel Sánchez Z.

ANEXO D

Sample ID: 0.01ug-mL 1era Operator: LAG
 Instrument ID: Varian MS #1 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Acquisition Date: 09/12/2009 12:14 p.m. Data File: ...s\0.01ug-ml 1era.sms
 Calculation Date: 15/12/2009 11:46 a.m. Method: ...9\0.01ug-ml 1era.sms
 Inj. Sample Notes: None



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.887	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	2186	2186.026 Counts
2	7.764	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	4083	4083.409 Counts
3	9.043	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	45476	45476.176 Counts
4	8.368	Lindano	Id.	183.0+219.0	3960	3959.520 Counts
5	10.781	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	978	978.163 Counts
6	12.034	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	3162	3161.723 Counts
7	8.623	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	5730	5730.476 Counts
8	9.373	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	2644	2643.749 Counts
9	13.483	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	1505	1504.689 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.409	Clordano1	Id.	373.0+375.0	5647	5647.305 Counts
12	14.950	Clordano2	Id.	373.0+375.0	5345	5344.679 Counts
13	15.863	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	6204	6204.343 Counts
14	16.107	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	610	610.331 Counts
15	17.017	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	198	197.819 Counts
16	17.723	DDD	Id.	235.0+165.0	2541	2541.290 Counts
17	17.499	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	513	512.502 Counts
18	19.412	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	881	880.703 Counts
19	18.150	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	562	561.505 Counts
20	19.210	Sulfato de Endusolfan	Id.	272.0+387.0	530	529.856 Counts
21	22.069	Metoxicloro	Id.	227.0	108	108.218 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0	0	0.000

Unidentified Peaks

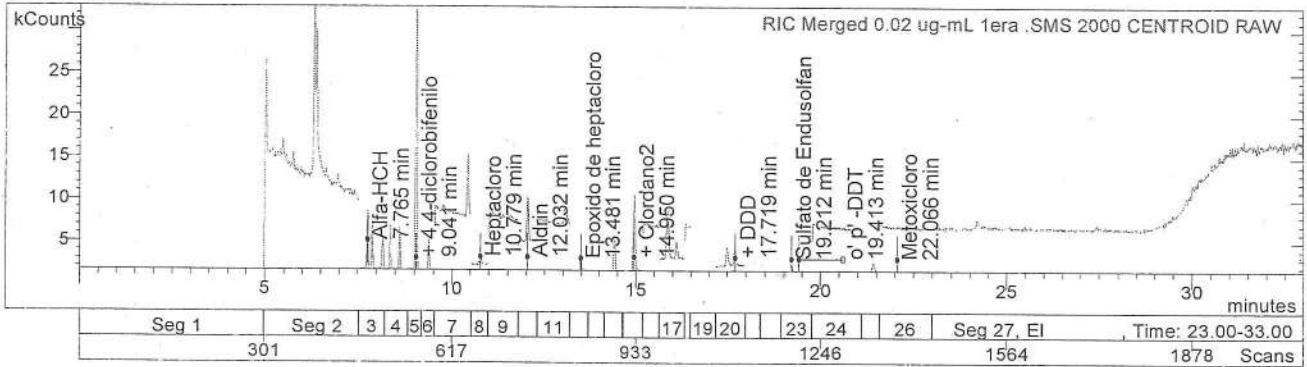
Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.029	Search Failed	Unk.	73905	46.202	----
24	6.316	Diethyl Phthalate	TIC	53083	33.185	835
25	6.388	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	32974	20.614	764

Sample Preparation

Vial: 3 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID:	0.02 ug-mL 1era	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	09/12/2009 12:51 p.m.	Data File:	...0.02 ug-ml 1era .sms
Calculation Date:	15/12/2009 04:54 p.m.	Method:	...0.02 ug-ml 1era .sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.885	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	3327	3327.123 Counts
2	7.765	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	6446	6445.844 Counts
3	9.041	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	48026	48026.363 Counts
4	8.365	Lindano	Id.	183.0+219.0	6752	6751.600 Counts
5	10.779	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	1677	1677.387 Counts
6	12.032	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	3811	3811.097 Counts
7	8.624	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	9445	9445.415 Counts
8	9.374	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	5024	5023.859 Counts
9	13.481	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	2787	2786.739 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.406	Clordano1	Id.	373.0+375.0	9314	9313.761 Counts
12	14.950	Clordano2	Id.	373.0+375.0	9186	9186.432 Counts
13	15.861	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	9970	9970.383 Counts
14	16.108	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	1202	1202.216 Counts
15	17.018	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	418	417.579 Counts
16	17.719	DDD	Id.	235.0+165.0	3956	3956.354 Counts
17	17.496	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	872	871.998 Counts
18	19.413	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	1386	1385.680 Counts
19	18.158	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	1122	1122.436 Counts
20	19.212	Sulfato de Endusolfan	Id.	272.0+387.0	975	975.401 Counts
21	22.066	Metoxicloro	Id.	227.0	165	164.868 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0		

Unidentified Peaks

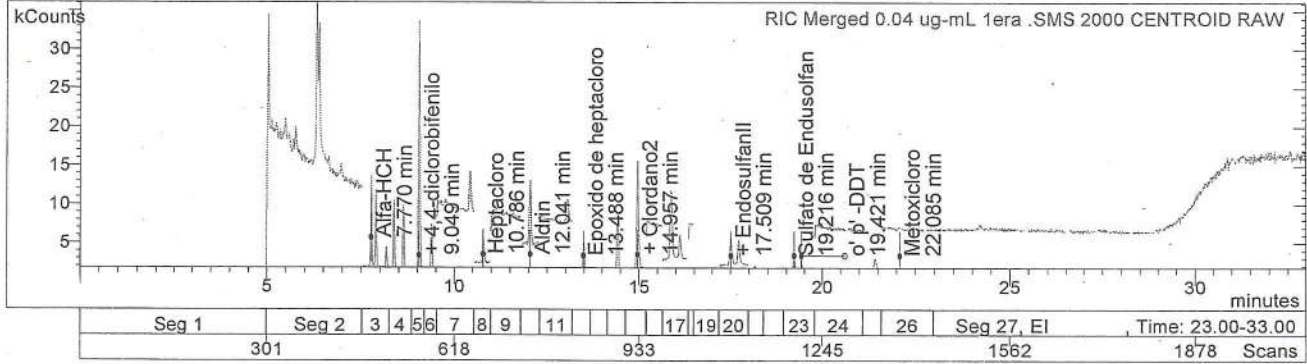
Quan Ions: RIC
RF Used: 1.000
Spectrum Match Type: Normal-Forward
Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.029	Search Failed	Unk.	60279	37.691	----
24	6.317	Diethyl Phthalate	TIC	58333	36.474	852
25	6.376	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	41317	25.835	762

Sample Preparation

Vial: 4 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID: 0.04 ug-mL 1era Operator: LAG
 Instrument ID: Varian MS #1 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Acquisition Date: 09/12/2009 02:05 p.m. Data File: ...0.04 ug-ml 1era .sms
 Calculation Date: 16/12/2009 10:00 a.m. Method: ...8-12-09sis3cuant.mth
 Inj. Sample Notes: None



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.893	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	5206	5205.768 Counts
2	7.770	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	9418	9417.740 Counts
3	9.049	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	43156	43155.926 Counts
4	8.373	Lindano	Id.	183.0+219.0	10249	10248.925 Counts
5	10.786	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	2757	2757.423 Counts
6	12.041	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	5936	5936.425 Counts
7	8.629	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	15127	15126.890 Counts
8	9.379	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	7375	7374.771 Counts
9	13.488	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	4253	4253.394 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.415	Clordano1	Id.	373.0+375.0	14624	14623.966 Counts
12	14.957	Clordano2	Id.	373.0+375.0	14477	14476.640 Counts
13	15.869	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	14244	14244.345 Counts
14	16.113	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	1864	1863.948 Counts
15	17.024	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	693	693.433 Counts
16	17.728	DDD	Id.	235.0+165.0	6120	6120.034 Counts
17	17.509	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	1384	1383.647 Counts
18	19.421	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	2716	2715.636 Counts
19	18.161	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	1704	1703.597 Counts
20	19.216	Sulfato de Endosulfan	Id.	272.0+387.0	1616	1616.358 Counts
21	22.085	Metoxicloro	Id.	227.0	227	227.495 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0	0	0.000

Unidentified Peaks

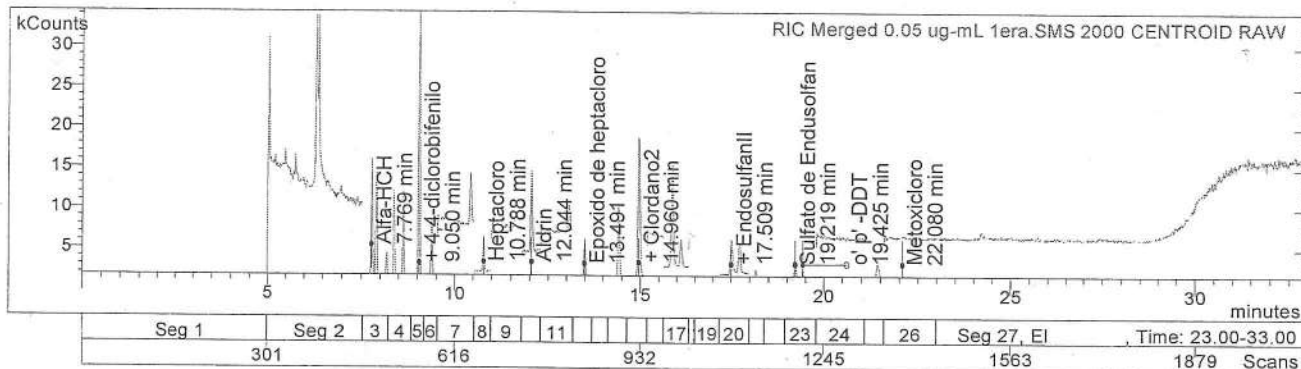
Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.031	Search Failed	Unk.	78257	40.763	----
24	6.323	Diethyl Phthalate	TIC	63960	33.316	857
25	6.385	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	49762	25.921	806

Sample Preparation

Vial: 6 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID:	0.05 ug-mL 1era	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	09/12/2009 02:42 p.m.	Data File:	...0.05 ug-ml 1era.sms
Calculation Date:	16/12/2009 10:02 a.m.	Method:	...8-12-09sis3cuant.mth
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.894	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	6441	6440.956 Counts
2	7.769	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	11683	11683.418 Counts
3	9.050	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	45547	45546.680 Counts
4	8.373	Lindano	Id.	183.0+219.0	12342	12342.261 Counts
5	10.788	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	3410	3410.431 Counts
6	12.044	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	7677	7677.265 Counts
7	8.630	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	18185	18184.674 Counts
8	9.381	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	9287	9287.336 Counts
9	13.491	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	5268	5268.431 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.417	Clordano1	Id.	373.0+375.0	17044	17044.371 Counts
12	14.960	Clordano2	Id.	373.0+375.0	17657	17656.732 Counts
13	15.874	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	18531	18531.014 Counts
14	16.120	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	2197	2196.829 Counts
15	17.030	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	873	872.953 Counts
16	17.731	DDD	Id.	235.0+165.0	7413	7413.190 Counts
17	17.509	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	1696	1695.886 Counts
18	19.425	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	3413	3413.330 Counts
19	18.164	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	2169	2168.775 Counts
20	19.219	Sulfato de Endusolfan	Id.	272.0+387.0	1923	1922.869 Counts
21	22.080	Metoxicloro	Id.	227.0	260	259.792 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0	0	0.000

Unidentified Peaks

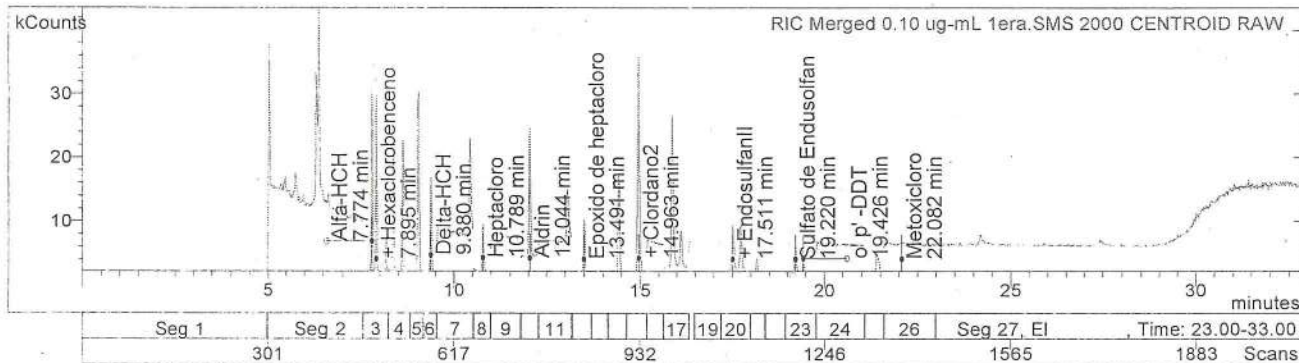
Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.033	Search Failed	Unk.	49680	30.881	----
24	6.327	Diethyl Phthalate	TIC	56218	34.945	840
25	6.388	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	54977	34.174	821

Sample Preparation

Vial: 7 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID:	0.10 ug-mL 1era	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	09/12/2009 03:19 p.m.	Data File:	...0.10 ug-ml 1era.sms
Calculation Date:	15/12/2009 12:05 p.m.	Method:	...0.10 ug-ml 1era.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.895	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	11547	11546.781 Counts
2	7.774	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	20504	20504.049 Counts
3	9.052	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	44448	44447.660 Counts
4	8.375	Lindano	Id.	183.0+219.0	21610	21610.131 Counts
5	10.789	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	6293	6293.138 Counts
6	12.044	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	11546	11546.313 Counts
7	8.630	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	32336	32335.959 Counts
8	9.380	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	16881	16881.396 Counts
9	13.491	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	8875	8875.183 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.420	Clordano1	Id.	373.0+375.0	22712	22711.568 Counts
12	14.963	Clordano2	Id.	373.0+375.0	32511	32511.348 Counts
13	15.874	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	25816	25815.760 Counts
14	16.116	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	3945	3945.377 Counts
15	17.033	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	1613	1612.926 Counts
16	17.731	DDD	Id.	235.0+165.0	13571	13570.631 Counts
17	17.511	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	2692	2692.379 Counts
18	19.426	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	6837	6837.342 Counts
19	18.162	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	3914	3913.586 Counts
20	19.220	Sulfato de Endusolfan	Id.	272.0+387.0	3748	3747.687 Counts
21	22.082	Metoxicloro	Id.	227.0	484	483.968 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0	0	0.000

Unidentified Peaks

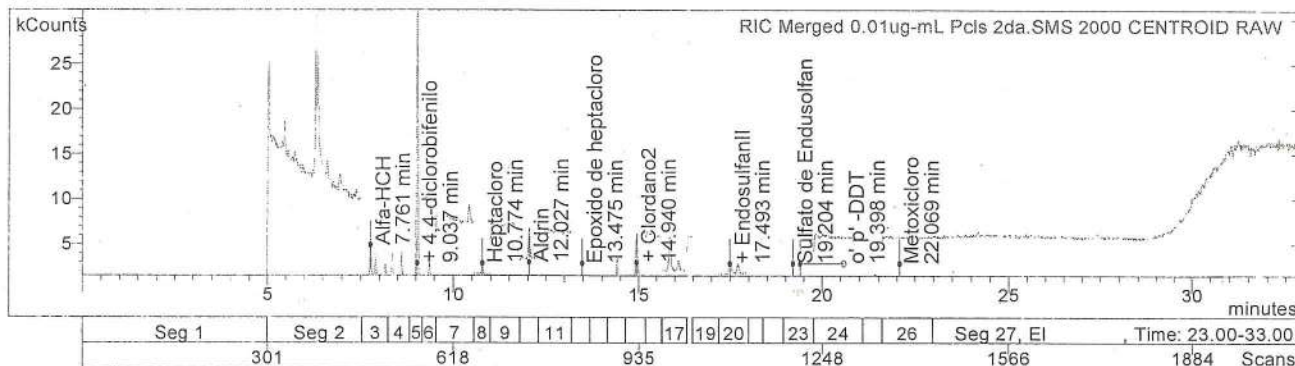
Quan Ions: RF Used: RIC: 1.000 Spectrum Match Type: Normal-Forward Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.032	Search Failed	Unk.	76586	38.325	----
24	6.325	Diethyl Phthalate	TIC	49680	24.861	838
25	6.385	Benzoic acid, 2,4-bis[(trime	TIC	73568	36.815	892

Sample Preparation

Vial: 8 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID: 0.01ug-mL Pcls 2da Operator: LAG
 Instrument ID: Varian MS #1 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Acquisition Date: 10/12/2009 06:42 a.m. Data File: ...01ug-ml pcls 2da.sms
 Calculation Date: 15/12/2009 12:06 p.m. Method: ...01ug-ml pcls 2da.sms
 Inj. Sample Notes: None



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.881	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	1924	1923.827 Counts
2	7.761	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	3949	3948.953 Counts
3	9.037	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	46016	46015.836 Counts
4	8.362	Lindano	Id.	183.0+219.0	3814	3813.879 Counts
5	10.774	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	840	840.172 Counts
6	12.027	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	2527	2527.475 Counts
7	8.617	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	5297	5296.818 Counts
8	9.370	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	2089	2089.046 Counts
9	13.475	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	1387	1386.660 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.401	Clordano1	Id.	373.0+375.0	5601	5600.571 Counts
12	14.940	Clordano2	Id.	373.0+375.0	5141	5141.401 Counts
13	15.855	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	5874	5874.342 Counts
14	16.104	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	653	652.887 Counts
15	17.014	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	184	184.239 Counts
16	17.709	DDD	Id.	235.0+165.0	1867	1867.460 Counts
17	17.493	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	423	423.334 Counts
18	19.398	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	773	773.416 Counts
19	18.143	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	487	487.443 Counts
20	19.204	Sulfato de Endosulfan	Id.	272.0+387.0	481	481.275 Counts
21	22.069	Metoxicloro	Id.	227.0	117	117.080 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0	0	0.000

Unidentified Peaks

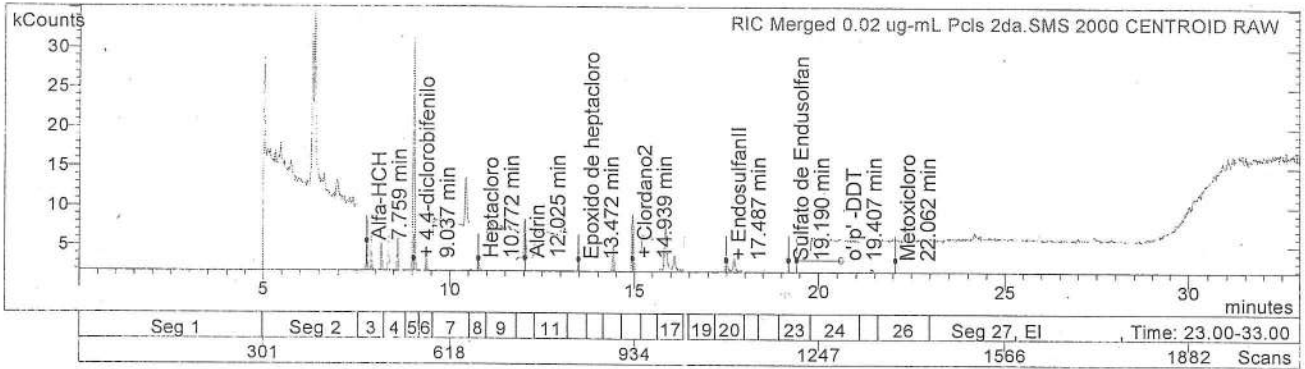
Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.027	Search Failed	Unk.	45423	35.934	---
24	6.317	Diethyl Phthalate	TIC	41244	32.628	836
25	6.381	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	39740	31.438	836

Sample Preparation

Vial: 3 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID: 0.02 ug-mL Pcls 2da Operator: LAG
 Instrument ID: Varian MS #1 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Acquisition Date: 10/12/2009 07:19 a.m. Data File: ...2 ug-ml pcls 2da.sms
 Calculation Date: 15/12/2009 12:08 p.m. Method: ...2 ug-ml pcls 2da.sms
 Inj. Sample Notes: None



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.880	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	3075	3075.370 Counts
2	7.759	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	5965	5965.117 Counts
3	9.037	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	43554	43554.063 Counts
4	8.366	Lindano	Id.	183.0+219.0	5848	5848.210 Counts
5	10.772	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	1369	1368.620 Counts
6	12.025	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	3650	3649.559 Counts
7	8.616	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	8297	8297.312 Counts
8	9.368	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	3404	3404.186 Counts
9	13.472	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	2423	2422.967 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.399	Clordano1	Id.	373.0+375.0	8262	8262.079 Counts
12	14.939	Clordano2	Id.	373.0+375.0	8231	8230.562 Counts
13	15.854	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	8525	8524.665 Counts
14	16.097	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	913	913.014 Counts
15	17.006	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	317	317.333 Counts
16	17.709	DDD	Id.	235.0+165.0	2757	2756.989 Counts
17	17.487	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	823	822.736 Counts
18	19.407	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	1181	1181.112 Counts
19	18.145	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	831	831.146 Counts
20	19.190	Sulfato de Endosulfan	Id.	272.0+387.0	753	753.071 Counts
21	22.062	Metoxicloro	Id.	227.0	172	172.408 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0		

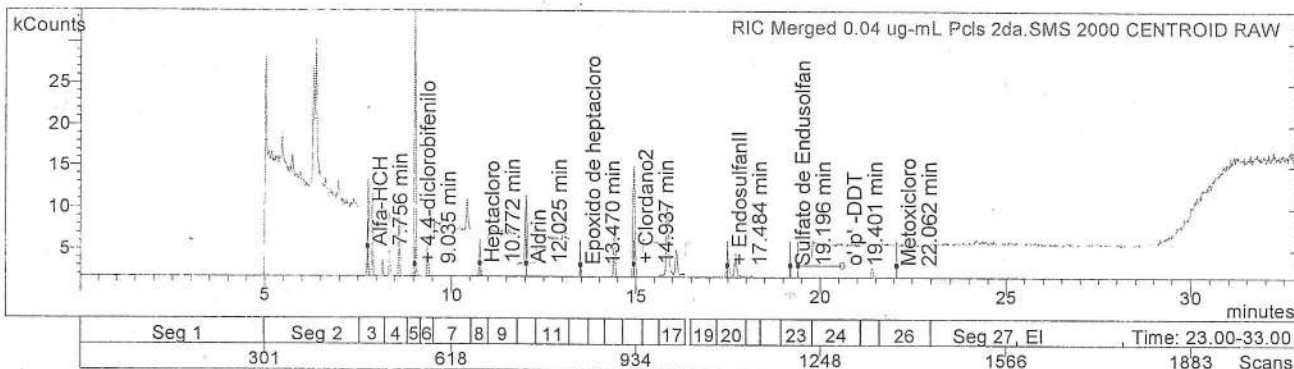
Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.027	Search Failed	Unk.	58077	34.808	----
24	6.317	Diethyl Phthalate	TIC	48537	29.090	860
25	6.375	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	60237	36.102	822

Sample Preparation

Sample ID: 0.04 ug-mL Pcls 2da Operator: LAG
 Instrument ID: Varian MS #1 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Acquisition Date: 10/12/2009 08:32 a.m. Data File: ...4 ug-ml pcls 2da.sms
 Calculation Date: 15/12/2009 12:09 p.m. Method: ...8-12-09sis3cuant.mth
 Inj. Sample Notes: None



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.879	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	5144	5143.985 Counts
2	7.756	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	9280	9280.229 Counts
3	9.035	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	43960	43959.684 Counts
4	8.360	Lindano	Id.	183.0+219.0	9778	9777.562 Counts
5	10.772	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	2528	2528.136 Counts
6	12.025	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	6005	6005.393 Counts
7	8.619	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	14514	14514.127 Counts
8	9.368	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	6506	6505.616 Counts
9	13.470	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	4177	4177.333 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.397	Clordanol	Id.	373.0+375.0	13908	13907.940 Counts
12	14.937	Clordano2	Id.	373.0+375.0	13934	13934.241 Counts
13	15.854	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	13996	13995.690 Counts
14	16.099	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	1743	1743.462 Counts
15	17.007	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	715	714.619 Counts
16	17.706	DDD	Id.	235.0+165.0	5364	5364.152 Counts
17	17.484	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	1198	1198.375 Counts
18	19.401	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	2105	2104.901 Counts
19	18.140	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	1371	1370.525 Counts
20	19.196	Sulfato de Endusolfan	Id.	272.0+387.0	1364	1363.748 Counts
21	22.062	Metoxicloro	Id.	227.0	233	233.195 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0	0	0.000

Unidentified Peaks

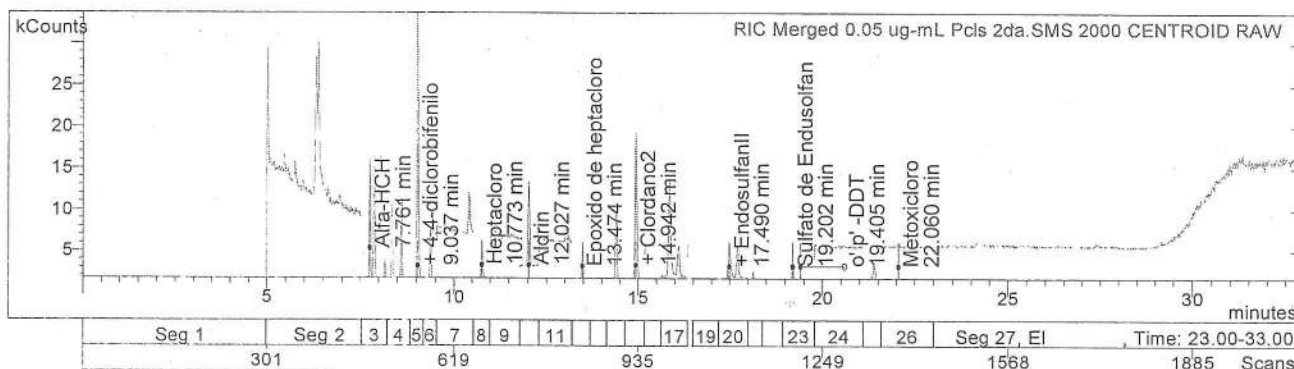
Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.026	Search Failed	Unk.	59151	42.565	----
24	6.317	Diethyl Phthalate	TIC	37757	27.170	855
25	6.376	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	42057	30.265	813

Sample Preparation

Vial: 6 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID: 0.05 ug-mL Pcls 2da Operator: LAG
 Instrument ID: Varian MS #1 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Acquisition Date: 10/12/2009 09:09 a.m. Data File: ...5 ug-ml pcls 2da.sms
 Calculation Date: 15/12/2009 12:10 p.m. Method: ...5 ug-ml pcls 2da.sms
 Inj. Sample Notes: None



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.883	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	6272	6272.302 Counts
2	7.761	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	11350	11349.791 Counts
3	9.037	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	44437	44436.531 Counts
4	8.361	Lindano	Id.	183.0+219.0	11960	11959.920 Counts
5	10.773	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	3063	3062.911 Counts
6	12.027	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	6546	6546.345 Counts
7	8.622	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	17903	17902.824 Counts
8	9.371	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	8097	8096.727 Counts
9	13.474	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	5115	5114.550 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.399	Clordano1	Id.	373.0+375.0	16842	16842.342 Counts
12	14.942	Clordano2	Id.	373.0+375.0	17670	17670.436 Counts
13	15.854	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	16340	16339.823 Counts
14	16.102	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	2350	2349.636 Counts
15	17.005	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	811	810.708 Counts
16	17.712	DDD	Id.	235.0+165.0	7191	7190.643 Counts
17	17.490	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	1620	1620.447 Counts
18	19.405	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	3122	3121.926 Counts
19	18.143	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	2097	2096.675 Counts
20	19.202	Sulfato de Endosulfan	Id.	272.0+387.0	1916	1915.643 Counts
21	22.060	Metoxicloro	Id.	227.0	237	236.977 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0		

Unidentified Peaks

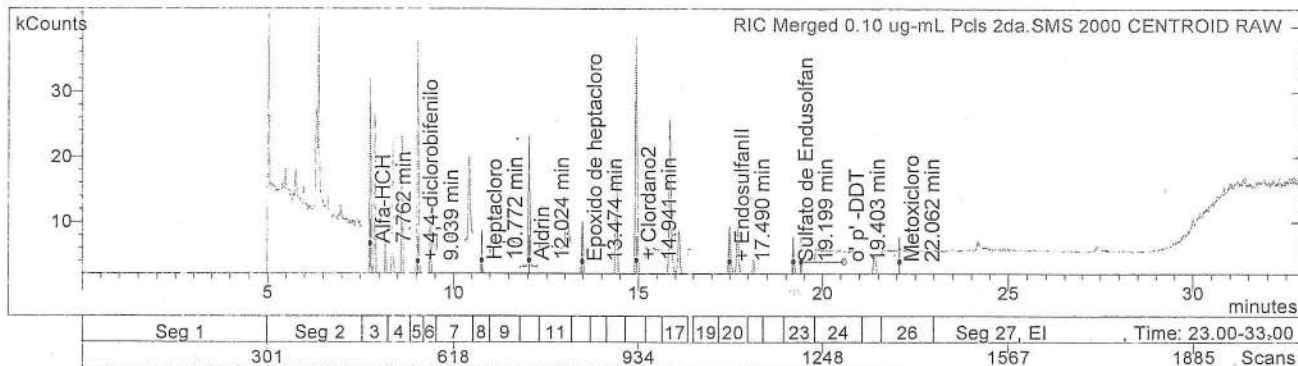
Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.029	Search Failed	Unk.	49572	38.486	----
24	6.321	Diethyl Phthalate	TIC	37949	29.462	858
25	6.379	Silane, [[4-[1,2-bis[(trimet	TIC	41284	32.052	869

Sample Preparation

Vial: 7 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID: 0.10 ug-mL Pcls 2da Operator: LAG
 Instrument ID: Varian MS #1 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Acquisition Date: 10/12/2009 09:46 a.m. Data File: ...0 ug-ml pcls 2da.sms
 Calculation Date: 15/12/2009 12:11 p.m. Method: ...0 ug-ml pcls 2da.sms
 Inj. Sample Notes: None



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.882	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	12376	12375.935 Counts
2	7.762	Alfa-HCH	Id.	181.0+219.0	20468	20467.920 Counts
3	9.039	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	46037	46037.137 Counts
4	8.360	Lindano	Id.	183.0+219.0	21571	21571.484 Counts
5	10.772	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	5947	5946.841 Counts
6	12.024	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	11108	11108.374 Counts
7	8.619	Beta-lindano	Id.	181.0+219.0+183.0	32107	32107.328 Counts
8	9.368	Delta-HCH	Id.	183.0+219.0	14211	14210.771 Counts
9	13.474	Epoxido de heptacloro	Id.	353.0	9006	9006.228 Counts
10	25.183	Endosulfan I	Miss.	241.0+195.0	0	0.000
11	14.398	Clordanol	Id.	373.0+375.0	23957	23957.299 Counts
12	14.941	Clordano2	Id.	373.0+375.0	34712	34712.152 Counts
13	15.856	DDE	Id.	246.0+176.0+318.0	27243	27243.412 Counts
14	16.105	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	4042	4042.212 Counts
15	17.005	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	1626	1626.439 Counts
16	17.710	DDD	Id.	235.0+165.0	13879	13878.916 Counts
17	17.490	EndosulfanII	Id.	195.0+339.0	3185	3184.704 Counts
18	19.403	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	6615	6615.493 Counts
19	18.144	Endrin Aldehido	Id.	67.0+209.0+245.0+345.0	4101	4100.584 Counts
20	19.199	Sulfato de Endosulfan	Id.	272.0+387.0	3959	3958.517 Counts
21	22.062	Metoxicloro	Id.	227.0	527	526.745 Counts
22	21.091	Endrin Cetona	Miss.	67.0+317.0	0	0.000

Unidentified Peaks

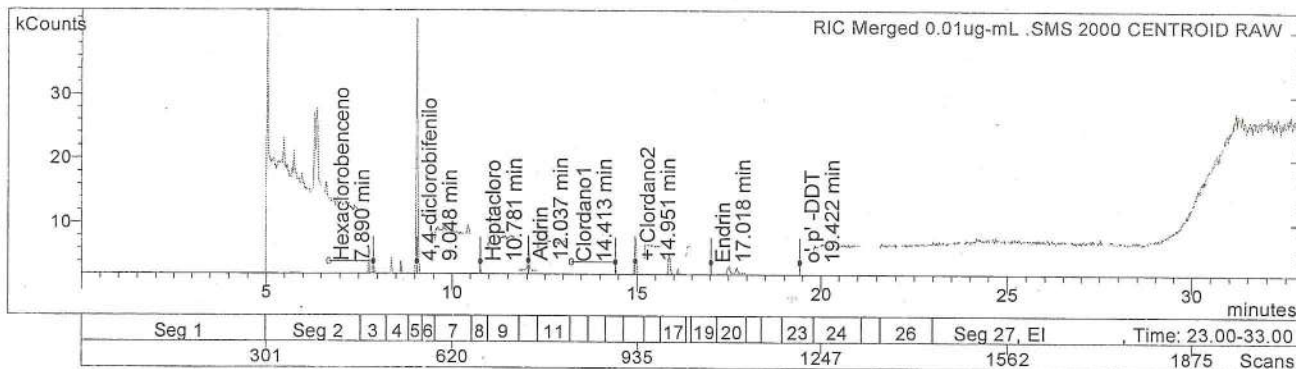
Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
23	5.028	Search Failed	Unk.	73883	64.561	----
24	6.382	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	40555	35.439	845

Sample Preparation

Vial: 8 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Sample ID: 0.01ug-mL Operator: LAG
 Instrument ID: Varian MS #1 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Acquisition Date: 15/12/2009 04:12 a.m. Data File: ...to\cc\0.01ug-ml .sms
 Calculation Date: 15/12/2009 12:58 p.m. Method: ...to\cc\0.01ug-ml .sms
 Inj. Sample Notes: None



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.890	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	2614	2613.887 Counts
2	9.048	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	44864	44863.816 Counts
3	10.781	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	1028	1028.017 Counts
4	12.037	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	3178	3178.275 Counts
5	14.413	Clordano1	Id.	373.0+375.0	6198	6198.367 Counts
6	14.951	Clordano2	Id.	373.0+375.0	5774	5773.866 Counts
7	16.110	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	792	792.396 Counts
8	17.018	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	161	160.514 Counts
9	19.422	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	999	998.825 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RF Used: RIC 1.000 Spectrum Match Type: Normal-Forward Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.030	Search Failed	Unk.	88104	54.957	----
11	6.323	Diethyl Phthalate	TIC	34779	21.694	849
12	6.385	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	37432	23.349	834

Sample Preparation

Vial: 3 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 04:45 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

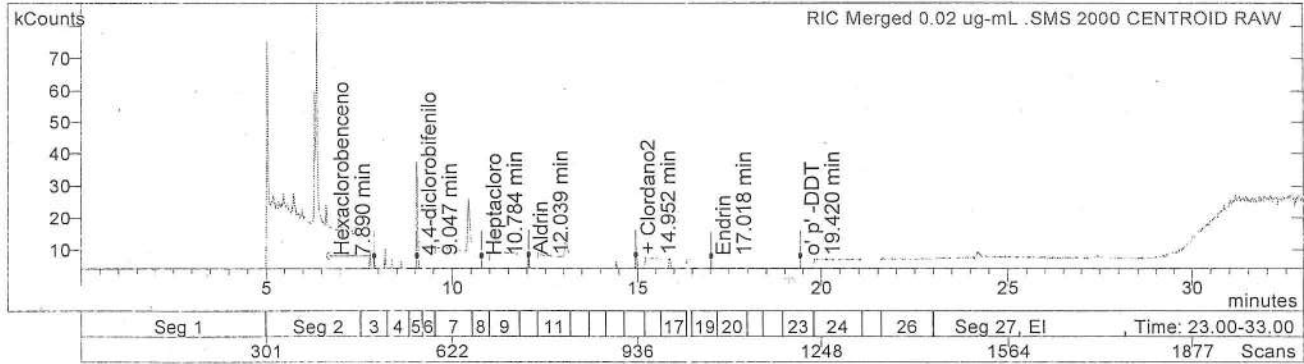
MS Workstation Version 6.20

Module Software Version: FF11
 Module Option Keys: EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1

Sample ID:	0.02 ug-mL	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	15/12/2009 04:48 a.m.	Data File:	...\\ccc\0.02 ug-ml .sms
Calculation Date:	15/12/2009 11:41 a.m.	Method:	...\\ccc\0.02 ug-ml .sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.890	Hexachlorobenceno	Id.	284.0	3885	3884.935 Counts
2	9.047	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	45987	45986.535 Counts
3	10.784	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	1759	1759.197 Counts
4	12.039	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	4924	4924.024 Counts
5	14.413	Clordano1	Id.	373.0+375.0	10708	10708.022 Counts
6	14.952	Clordano2	Id.	373.0+375.0	9808	9808.415 Counts
7	16.117	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	1479	1479.331 Counts
8	17.018	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	305	305.222 Counts
9	19.420	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	1337	1337.066 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: Rf Used: 1.000 Spectrum Match Type: Normal-Forward Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.030	Search Failed	Unk.	139472	37.072	---
11	6.326	Diethyl Phthalate	TIC	93779	24.926	842
12	6.386	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	142972	38.002	855

Sample Preparation

Vial: 4 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 04:46 p.m.
Module: Saturn 2000.40

MS Workstation Version 6.20
Module Software Version:
Module Option Keys:

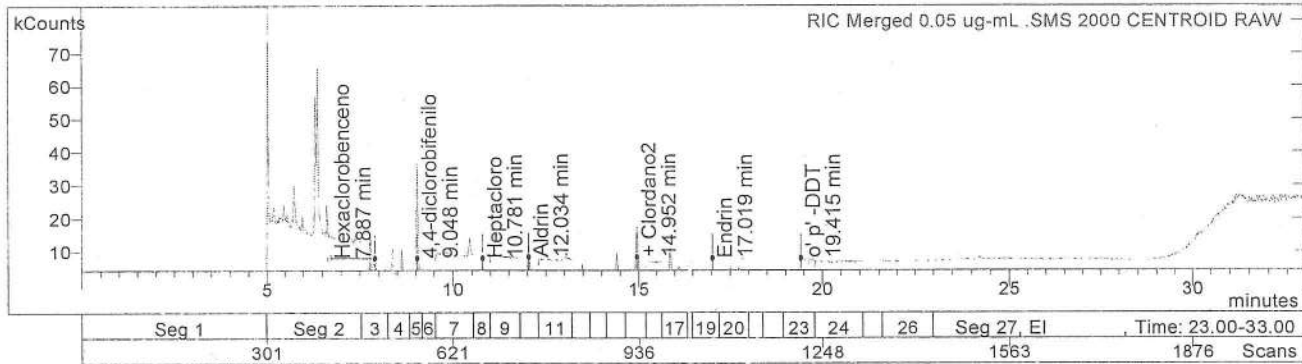
FF11
EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
Manifold Temperature: 100 degrees C
Transfer Line Temperature: 200 degrees C
Filament Number: 1

Sample ID: 0.05 ug-ml
 Instrument ID: 0.05 ug-ml *CLD*
 Acquisition Date: 15/12/2009 06:02 a.m.
 Calculation Date: 15/12/2009 11:26 a.m.
 Inj. Sample Notes: None

Operator: LAG
 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Data File: ...o\cc\0.05 ug-ml .sms
 Method: ...o\cc\0.05 ug-ml .sms



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.887	Hexachlorobenceno	Id.	284.0	6607	6607.448 Counts
2	9.048	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	45070	45069.730 Counts
3	10.781	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	3072	3071.738 Counts
4	12.034	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	6638	6637.906 Counts
5	14.409	Clordano1	Id.	373.0+375.0	15798	15797.611 Counts
6	14.952	Clordano2	Id.	373.0+375.0	16441	16441.182 Counts
7	16.112	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	2235	2234.501 Counts
8	17.019	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	569	569.457 Counts
9	19.415	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	1945	1945.112 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC
 RF Used: 1.000
 Spectrum Match Type: Normal-Forward
 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.030	Search Failed	Unk.	147349	40.132	----
11	6.325	Diethyl Phthalate	TIC	102964	28.043	863
12	6.385	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	116847	31.825	828

Sample Preparation

Vial: 6 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 04:46 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

MS Workstation Version 6.20

Module Software Version:
 Module Option Keys:

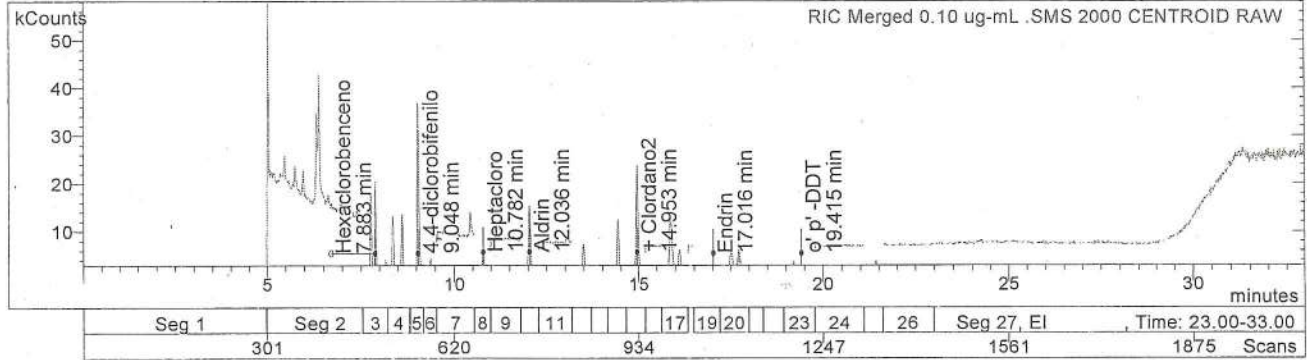
FF11
 EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1

Sample ID: *0.05 ug-ml*
~~0.10 ug-ml cisccc~~
 Instrument ID: Varian MS #1
 Acquisition Date: 15/12/2009 06:39 a.m.
 Calculation Date: 15/12/2009 11:25 a.m.
 Inj. Sample Notes: None

Operator: LAG
 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Data File: ...o\cc\0.10 ug-ml .sms
 Method: ...o\cc\0.10 ug-ml .sms



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.883	Hexachlorobenceno	Id.	284.0	7095	7095.294 Counts
2	9.048	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	44871	44870.824 Counts
3	10.782	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	3867	3867.251 Counts
4	12.036	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	7998	7997.875 Counts
5	14.411	Clordano1	Id.	373.0+375.0	20636	20636.420 Counts
6	14.953	Clordano2	Id.	373.0+375.0	21802	21801.637 Counts
7	16.112	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	2684	2684.422 Counts
8	17.016	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	680	679.927 Counts
9	19.415	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	2823	2823.142 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC
 RF Used: 1.000
 Spectrum Match Type: Normal-Forward
 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.030	Search Failed	Unk.	99038	40.886	---
11	6.323	Diethyl Phthalate	TIC	43630	18.012	847
12	6.383	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	59204	24.441	818
13	7.772	.alpha.-Lindane	TIC	40355	16.660	718

Sample Preparation

Vial: 7 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 16/12/2009 10:08 a.m.
 Module: Saturn 2000.40

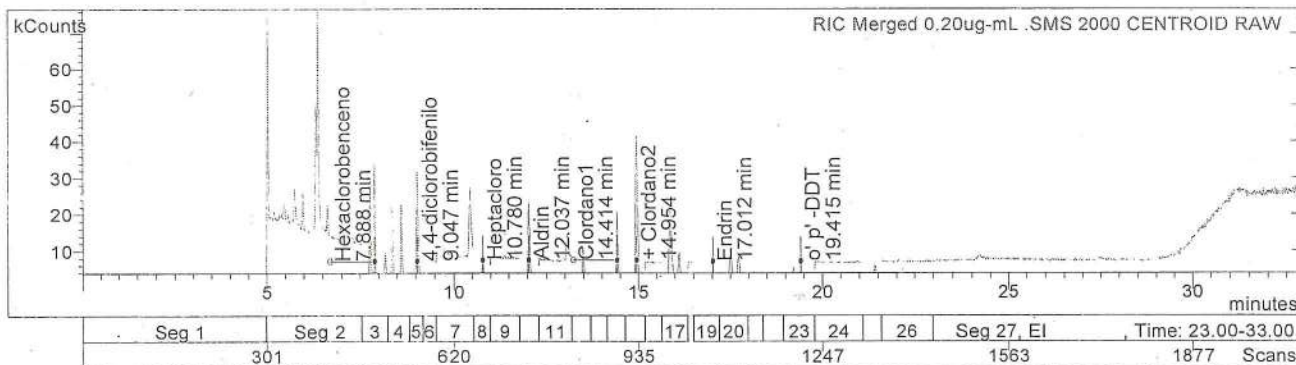
MS Workstation Version 6.20
 Module Software Version:
 Module Option Keys:

FF11
 EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C

Sample ID: 0.10 ug/ml 0.20ug-ml ajr001
 Instrument ID: Varian MS #1
 Acquisition Date: 15/12/2009 07:16 a.m.
 Calculation Date: 15/12/2009 12:55 p.m.
 Inj. Sample Notes: None
 Operator: LAG
 Last Calibration: 06/12/2006 03:49 p.m.
 Data File: ...to\cc\0.20ug-ml .sms
 Method: ...to\cc\0.20ug-ml .sms



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.888	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	13262	13261.651 Counts
2	9.047	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	46341	46340.734 Counts
3	10.780	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	6719	6718.712 Counts
4	12.037	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	12918	12917.748 Counts
5	14.414	Clordano1	Id.	373.0+375.0	24372	24371.691 Counts
6	14.954	Clordano2	Id.	373.0+375.0	38137	38137.316 Counts
7	16.112	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	4513	4513.086 Counts
8	17.012	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	1242	1242.206 Counts
9	19.415	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	5324	5323.637 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.031	Search Failed	Unk.	121924	30.235	----
11	6.328	Diethyl Phthalate	TIC	75710	18.775	861
12	6.383	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	139510	34.596	837
13	7.775	.alpha.-Lindane	TIC	66106	16.393	732

Sample Preparation

Vial: 8 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

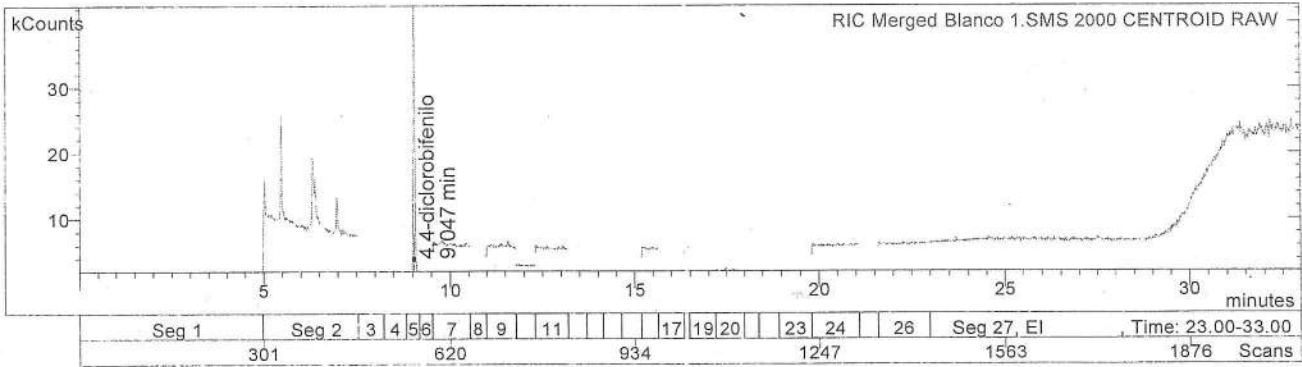
Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 04:47 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

MS Workstation Version 6.20
 Module Software Version: FF11
 Module Option Keys: EI SIS MS/MS

Setpoints
 Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C

Sample ID:	Blanco 1	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	14/12/2009 11:53 p.m.	Data File:	...royecto\blanco 1.sms
Calculation Date:	15/12/2009 10:03 a.m.	Method:	...-09sis3 proyecto.mth
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.879	Hexaclorobenceno	Miss.	284.0	0	0.000
2	9.047	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	44953	44953.488 Counts
3	10.778	Heptacloro	Miss.	272.0+100.0+337.0	0	0.000
4	12.036	Aldrin	Miss.	263.0+66.0+91.0	0	0.000
5	14.407	Clordano1	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
6	14.954	Clordano2	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
7	16.108	Dieldrin	Miss.	79.0+108.0+263.0	0	0.000
8	17.018	Endrin	Miss.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	0	0.000
9	19.423	o' p' -DDT	Miss.	235.0+165.0	0	0.000

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.029	Search Failed	Unk.	25821	44.959	----
11	5.480	1,3,5,7,9-Pentaethyl-1,9-dib	TIC	31611	55.041	704

Sample Preparation

Vial: 13 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:03 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

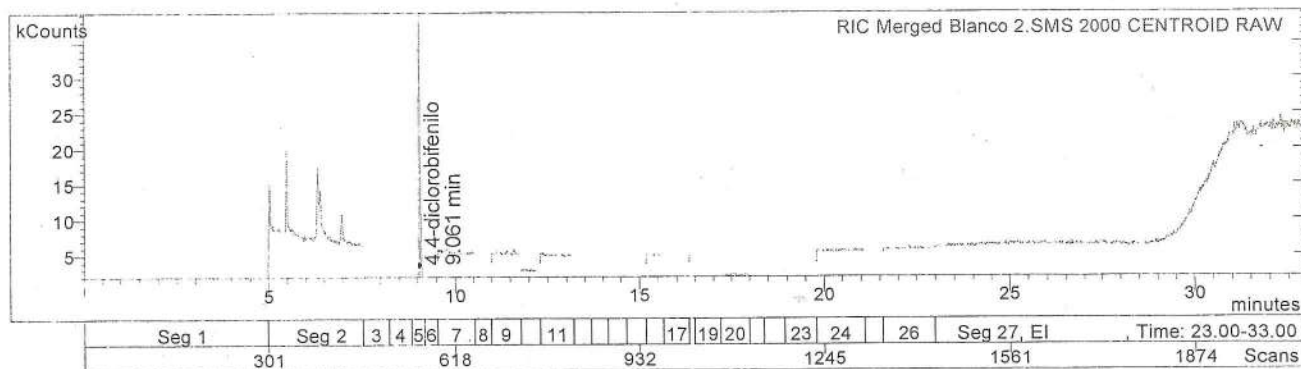
MS Workstation Version 6.20
 Module Software Version:
 Module Option Keys:

FF11
 EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1
 Axial Modulation Voltage: 4.0 volts

Sample ID:	Blanco 2	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	15/12/2009 12:30 a.m.	Data File:	...royecto\blanco 2.sms
Calculation Date:	15/12/2009 10:04 a.m.	Method:	...royecto\blanco 2.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.879	Hexaclorobenceno	Miss.	284.0	0	0.000
2	9.061	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	44374	44373.570 Counts
3	10.778	Heptacloro	Miss.	272.0+100.0+337.0	0	0.000
4	12.036	Aldrin	Miss.	263.0+66.0+91.0	0	0.000
5	14.407	Clordano1	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
6	14.954	Clordano2	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
7	16.108	Dieldrin	Miss.	79.0+108.0+263.0	0	0.000
8	17.018	Endrin	Miss.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	0	0.000
9	19.423	o' p' -DDT	Miss.	235.0+165.0	0	0.000

Unidentified Peaks

Quan Ions:	RIC	Spectrum Match Type:	Normal-Forward
RF Used:	1.000	Match Thresh:	400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.486	1,3,5,7,9-Pentaethyl-1,9-dib	TIC	21946	100.000	699

Sample Preparation

Vial: 13 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:03 p.m.
Module: Saturn 2000.40

MS Workstation Version 6.20

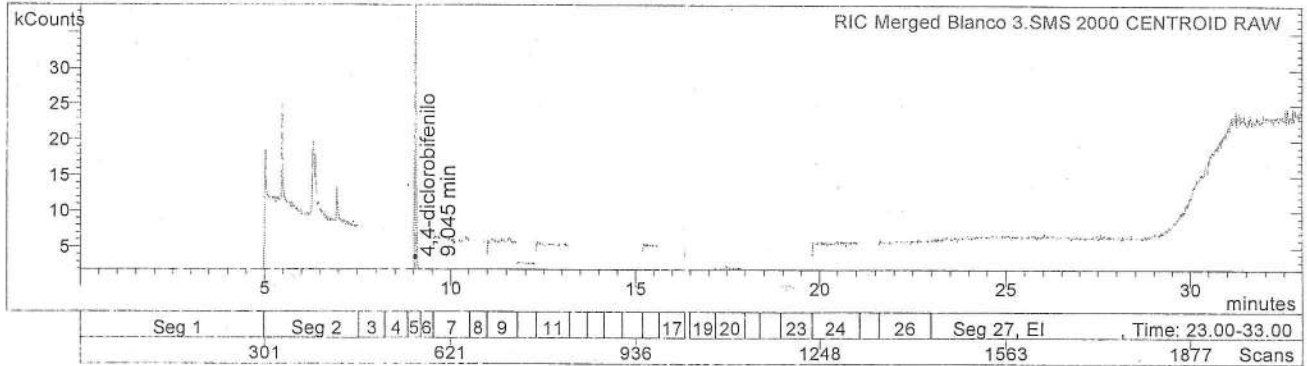
Module Software Version: FF11
Module Option Keys: EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
Manifold Temperature: 100 degrees C
Transfer Line Temperature: 200 degrees C
Filament Number: 1
Axial Modulation Voltage: 4.0 volts

Air/Water Check

Sample ID:	Blanco 3	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	15/12/2009 01:07 a.m.	Data File:	...royecto\blanco 3.sms
Calculation Date:	15/12/2009 10:05 a.m.	Method:	...-09sis3 proyecto.mth
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.879	Hexaclorobenceno	Miss.	284.0	0	0.000
2	9.045	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	45914	45914.152 Counts
3	10.778	Heptacloro	Miss.	272.0+100.0+337.0	0	0.000
4	12.036	Aldrin	Miss.	263.0+66.0+91.0	0	0.000
5	14.407	Clordanol	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
6	14.954	Clordano2	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
7	16.108	Dieldrin	Miss.	79.0+108.0+263.0	0	0.000
8	17.018	Endrin	Miss.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	0	0.000
9	19.423	o' p' -DDT	Miss.	235.0+165.0	0	0.000

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.027	Search Failed	Unk.	31158	52.535	---
11	5.475	1,3,5,7,9-Pentaethyl-1,9-dib	TIC	28151	47.465	710

Sample Preparation

Vial: 13 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:03 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

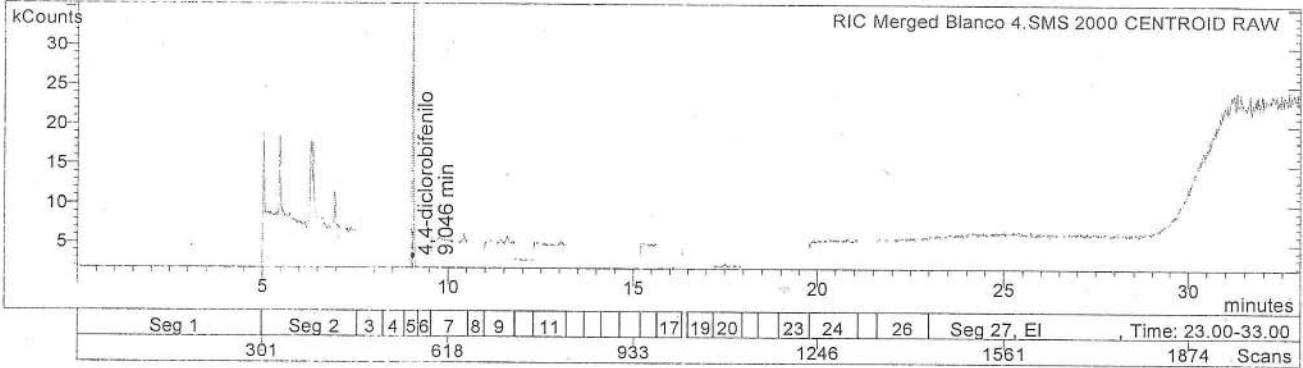
MS Workstation Version 6.20
 Module Software Version:
 Module Option Keys:

FF11
 EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1
 Axial Modulation Voltage: 4.0 volts

Sample ID:	Blanco 4	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	15/12/2009 01:44 a.m.	Data File:	...royecto\blanco 4.sms
Calculation Date:	15/12/2009 10:05 a.m.	Method:	...-09sis3 proyecto.mth
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.879	Hexaclorobenceno	Miss.	284.0	0	0.000
2	9.046	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	45513	45512.574 Counts
3	10.778	Heptacloro	Miss.	272.0+100.0+337.0	0	0.000
4	12.036	Aldrin	Miss.	263.0+66.0+91.0	0	0.000
5	14.407	Clordano1	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
6	14.954	Clordano2	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
7	16.108	Dieldrin	Miss.	79.0+108.0+263.0	0	0.000
8	17.018	Endrin	Miss.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	0	0.000
9	19.423	o' p' -DDT	Miss.	235.0+165.0	0	0.000

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC
RF Used: 1.000
Spectrum Match Type: Normal-Forward
Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.028	Cycloheptasiloxane, tetradec	TIC	31126	54.114	773
11	5.477	1,3,5,7,9-Pentaethyl-1,9-dib	TIC	26393	45.886	714

Sample Preparation

Vial: 13 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:03 p.m.
Module: Saturn 2000.40

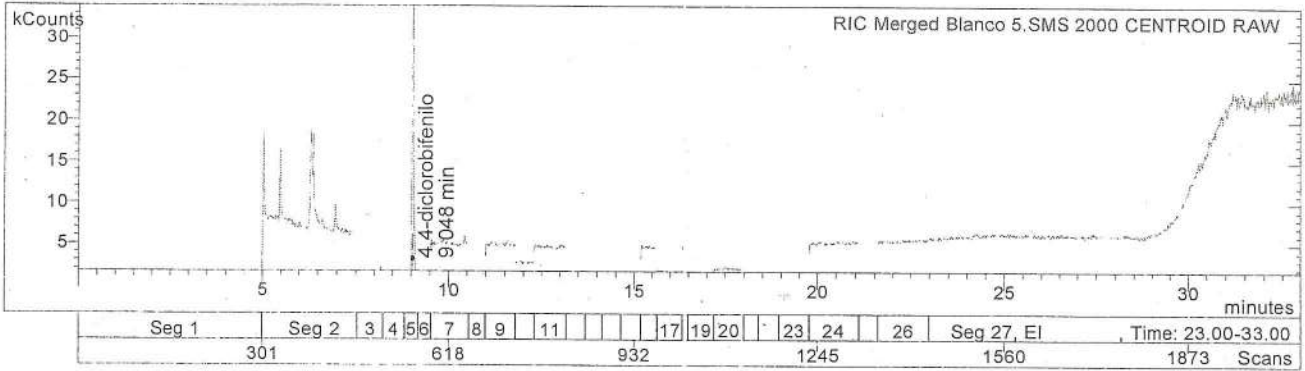
MS Workstation Version 6.20

Module Software Version: FF11
Module Option Keys: EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
Manifold Temperature: 100 degrees C
Transfer Line Temperature: 200 degrees C
Filament Number: 1
Axial Modulation Voltage: 4.0 volts

Sample ID:	Blanco 5	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	15/12/2009 02:21 a.m.	Data File:	...royecto\blanco 5.sms
Calculation Date:	15/12/2009 10:06 a.m.	Method:	...royecto\blanco 5.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.879	Hexaclorobenceno	Miss.	284.0	0	0.000
2	9.048	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	45112	45111.609 Counts
3	10.778	Heptacloro	Miss.	272.0+100.0+337.0		
4	12.036	Aldrin	Miss.	263.0+66.0+91.0	0	0.000
5	14.407	Clordano1	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
6	14.954	Clordano2	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
7	16.108	Dieldrin	Miss.	79.0+108.0+263.0	0	0.000
8	17.018	Endrin	Miss.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	0	0.000
9	19.423	o' p' -DDT	Miss.	235.0+165.0	0	0.000

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.029	Search Failed	Unk.	53245	74.509	----
11	5.479	1,3,5,7,9-Pentaethyl-1,9-dib	TIC	18216	25.491	686

Sample Preparation

Vial: 13 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:04 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

MS Workstation Version 6.20

Module Software Version:

FF11

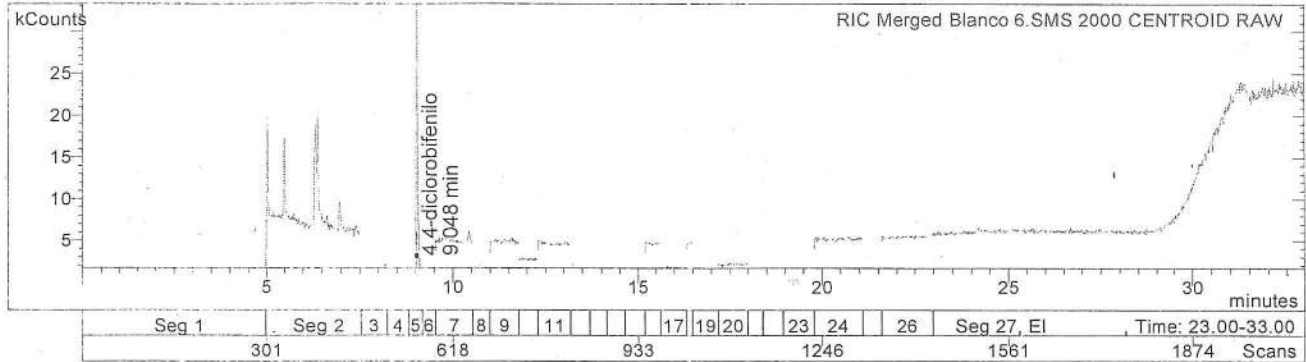
Module Option Keys:

EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature:	200 degrees C
Manifold Temperature:	100 degrees C
Transfer Line Temperature:	200 degrees C
Filament Number:	1
Axial Modulation Voltage:	4.0 volts

Sample ID:	Blanco 6	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	15/12/2009 02:58 a.m.	Data File:	...royecto\blanco 6.sms
Calculation Date:	15/12/2009 10:06 a.m.	Method:	...royecto\blanco 6.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.879	Hexaclorobenceno	Miss.	284.0	0	0.000
2	9.048	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	43203	43202.660 Counts
3	10.778	Heptacloro	Miss.	272.0+100.0+337.0	0	0.000
4	12.036	Aldrin	Miss.	263.0+66.0+91.0	0	0.000
5	14.407	Clordano1	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
6	14.954	Clordano2	Miss.	373.0+375.0	0	0.000
7	16.108	Dieldrin	Miss.	79.0+108.0+263.0	0	0.000
8	17.018	Endrin	Miss.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	0	0.000
9	19.423	o' p' -DDT	Miss.	235.0+165.0	0	0.000

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.030	Cycloheptasiloxane, tetradec	TIC	36533	73.528	802
11	6.323	Diethyl Phthalate	TIC	13153	26.472	832

Sample Preparation

Vial: 13 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

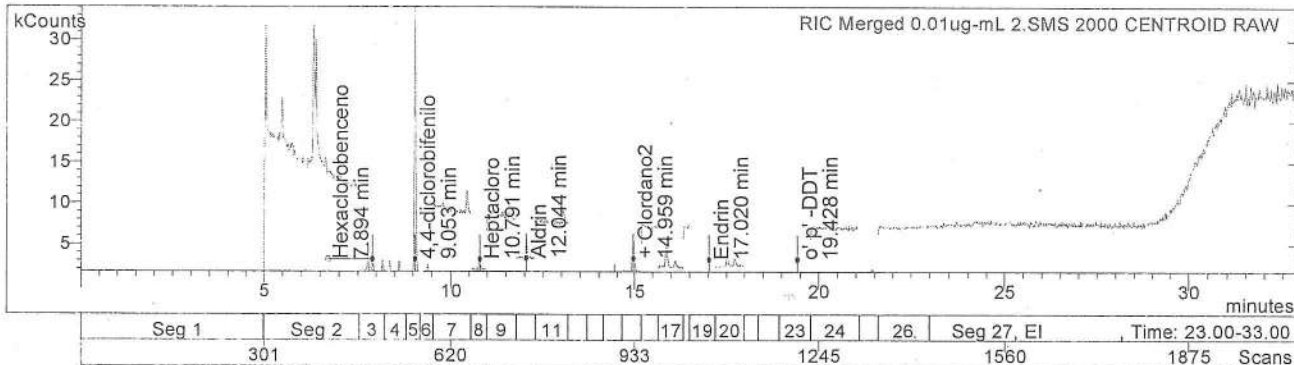
Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:04 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

MS Workstation Version 6.20
 Module Software Version: FF11
 Module Option Keys: EI SIS MS/MS

Setpoints
 Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1
 Axial Modulation Voltage: 4.0 volts

Sample ID:	0.01ug-mL 2	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	14/12/2009 08:11 p.m.	Data File:	...ajos\0.01ug-ml 2.sms
Calculation Date:	15/12/2009 12:24 p.m.	Method:	...ajos\0.01ug-ml 2.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.894	Hexachlorobenceno	Id.	284.0	1732	1732.259 Counts
2	9.053	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	44873	44872.703 Counts
3	10.791	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	674	674.181 Counts
4	12.044	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	2394	2394.318 Counts
5	14.420	Clordano1	Id.	373.0+375.0	4036	4035.798 Counts
6	14.959	Clordano2	Id.	373.0+375.0	3656	3656.084 Counts
7	16.126	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	700	700.021 Counts
8	17.020	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	128	128.045 Counts
9	19.428	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	638	638.233 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.032	Search Failed	Unk.	63708	42.247	----
11	6.329	Diethyl Phthalate	TIC	46977	31.152	822
12	6.387	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	40114	26.601	806

Sample Preparation

Vial: 14 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:06 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

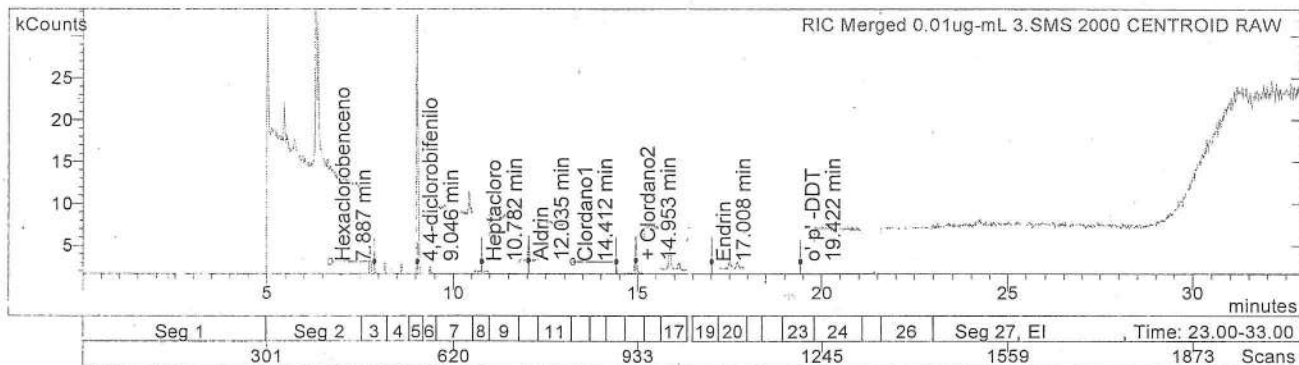
MS Workstation Version 6.20

Module Software Version: FF11
 Module Option Keys: EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1

Sample ID:	0.01ug-mL 3	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	14/12/2009 08:48 p.m.	Data File:	...ajos\0.01ug-ml 3.sms
Calculation Date:	15/12/2009 12:31 p.m.	Method:	...ajos\0.01ug-ml 3.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.887	Hexachlorobenceno	Id.	284.0	1706	1706.117 Counts
2	9.046	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	43972	43971.883 Counts
3	10.782	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	748	747.880 Counts
4	12.035	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	2544	2543.798 Counts
5	14.412	Clordano1	Id.	373.0+375.0	4203	4203.248 Counts
6	14.953	Clordano2	Id.	373.0+375.0	3847	3847.065 Counts
7	16.106	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	638	637.543 Counts
8	17.008	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	161	160.712 Counts
9	19.422	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	517	516.834 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.031	Search Failed	Unk.	72450	43.196	----
11	6.322	Diethyl Phthalate	TIC	45106	26.893	825
12	6.386	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	50169	29.911	803

Sample Preparation

Vial: 14 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:06 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

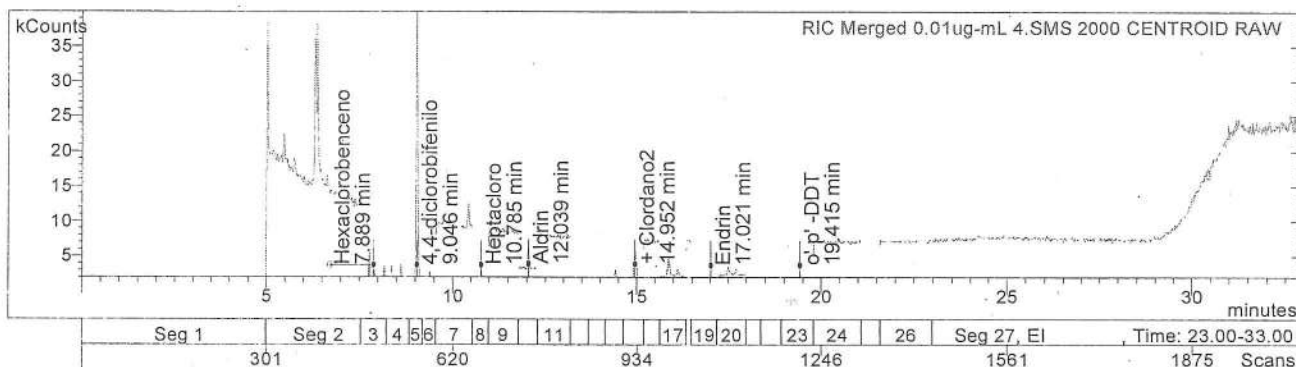
MS Workstation Version 6.20
 Module Software Version:
 Module Option Keys:

FF11
 EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1

Sample ID:	0.01ug-mL 4	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	14/12/2009 09:25 p.m.	Data File:	...ajos\0.01ug-ml 4.sms
Calculation Date:	15/12/2009 12:34 p.m.	Method:	...ecto\0.01ug-ml 4.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.889	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	1923	1923.344 Counts
2	9.046	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	44740	44739.977 Counts
3	10.785	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	793	792.548 Counts
4	12.039	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	2802	2802.277 Counts
5	14.412	Clordano1	Id.	373.0+375.0	4816	4816.332 Counts
6	14.952	Clordano2	Id.	373.0+375.0	4280	4280.049 Counts
7	16.113	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	698	697.592 Counts
8	17.021	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	121	121.499 Counts
9	19.415	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	869	868.814 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.030	Search Failed	Unk.	69992	42.698	----
11	6.322	Diethyl Phthalate	TIC	46511	28.374	845
12	6.383	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	47420	28.928	808

Sample Preparation

Vial: 14 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:06 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

MS Workstation Version 6.20

Module Software Version:

Module Option Keys:

FF11

EI SIS MS/MS

Setpoints

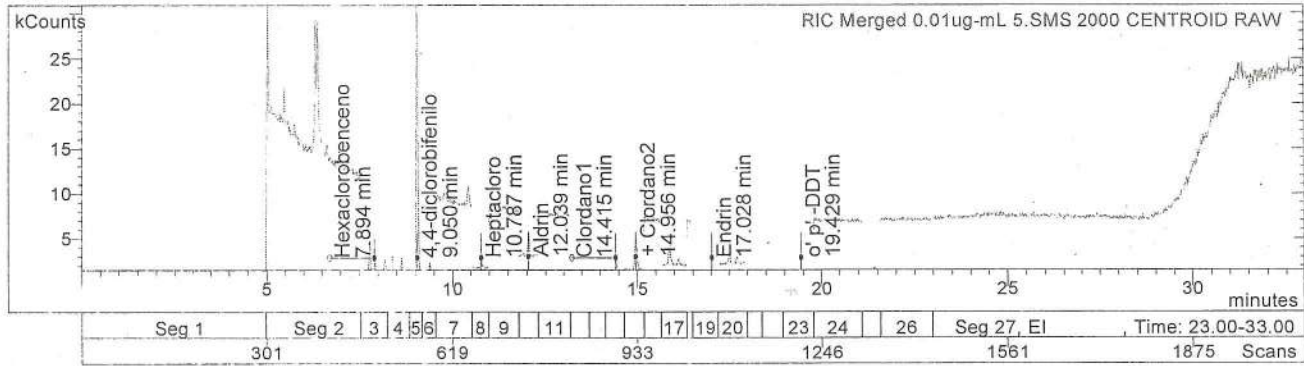
Trap Temperature: 200 degrees C

Manifold Temperature: 100 degrees C

Transfer Line Temperature: 200 degrees C

Filament Number: 1

Sample ID:	0.01ug-mL 5	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	14/12/2009 10:02 p.m.	Data File:	...ajos0.01ug-ml 5.sms
Calculation Date:	15/12/2009 12:38 p.m.	Method:	...ecto0.01ug-ml 5.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.894	Hexachlorobenceno	Id.	284.0	1640	1639.936 Counts
2	9.050	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	41274	41274.074 Counts
3	10.787	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	785	785.086 Counts
4	12.039	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	2725	2725.028 Counts
5	14.415	Clordano1	Id.	373.0+375.0	3849	3849.291 Counts
6	14.956	Clordano2	Id.	373.0+375.0	3580	3580.108 Counts
7	16.111	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	663	662.709 Counts
8	17.028	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	108	107.882 Counts
9	19.429	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	502	502.034 Counts

Unidentified Peaks

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.033	Search Failed	Unk.	51037	35.537	----
11	6.327	Diethyl Phthalate	TIC	43051	29.976	813
12	6.392	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	49530	34.487	799

Sample Preparation

Vial: 14 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:07 p.m.
Module: Saturn 2000.40

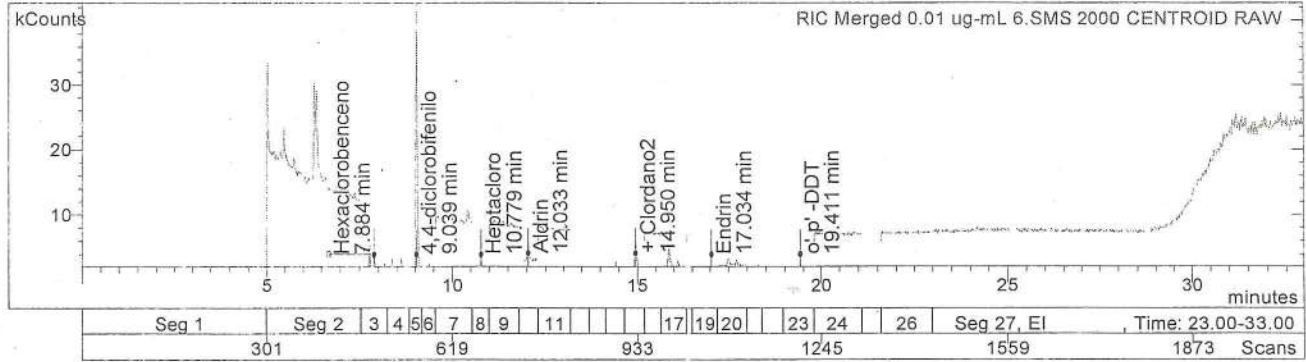
MS Workstation Version 6.20
Module Software Version:
Module Option Keys:

FF11
EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature:	200 degrees C
Manifold Temperature:	100 degrees C
Transfer Line Temperature:	200 degrees C
Filament Number:	1

Sample ID:	0.01 ug-mL 6	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	14/12/2009 10:39 p.m.	Data File:	...jos\0.01 ug-ml 6.sms
Calculation Date:	15/12/2009 12:39 p.m.	Method:	...cto\0.01 ug-ml 6.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.884	Hexaclorobenceno	Id.	284.0	1885	1885.336 Counts
2	9.039	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	43013	43013.340 Counts
3	10.779	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	795	795.005 Counts
4	12.033	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	2595	2595.475 Counts
5	14.408	Clordano1	Id.	373.0+375.0	4377	4376.853 Counts
6	14.950	Clordano2	Id.	373.0+375.0	4206	4206.396 Counts
7	16.109	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	726	725.837 Counts
8	17.034	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	138	138.074 Counts
9	19.411	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	507	507.492 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.027	Search Failed	Unk.	55197	40.875	----
11	6.316	Diethyl Phthalate	TIC	42049	31.138	824
12	6.378	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	37792	27.986	808

Sample Preparation

Vial: 14 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:07 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

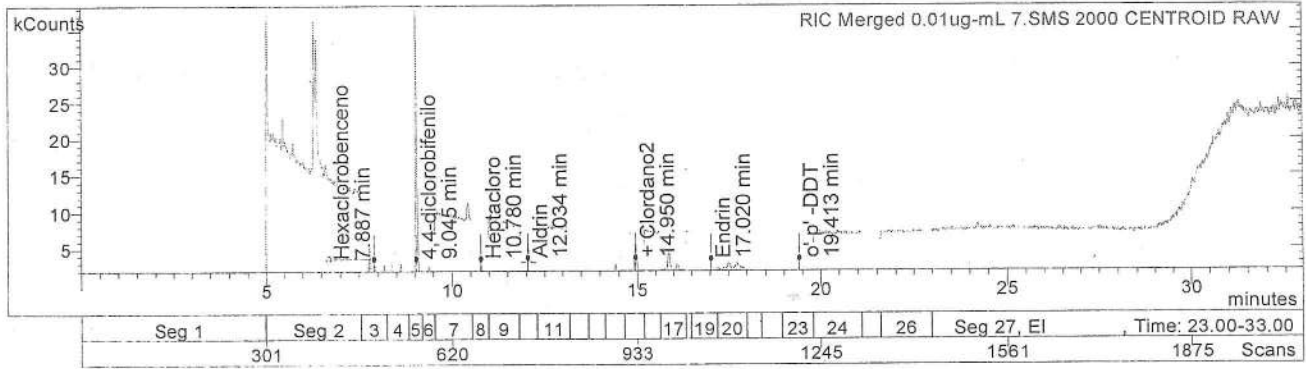
MS Workstation Version 6.20
 Module Software Version:
 Module Option Keys:

FF11
 EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1

Sample ID:	0.01ug-mL 7	Operator:	LAG
Instrument ID:	Varian MS #1	Last Calibration:	06/12/2006 03:49 p.m.
Acquisition Date:	14/12/2009 11:16 p.m.	Data File:	...ajos\0.01ug-ml 7.sms
Calculation Date:	15/12/2009 12:42 p.m.	Method:	...ajos\0.01ug-ml 7.sms
Inj. Sample Notes:	None		



Target Compounds

#	RT	Compound Name	Res Type	Quan Ions	Area	Amount
1	7.887	Hexachlorobenceno	Id.	284.0	1970	1970.459 Counts
2	9.045	4,4-diclorobifenilo	Id.	152.0+222.0	45957	45957.367 Counts
3	10.780	Heptacloro	Id.	272.0+100.0+337.0	743	742.615 Counts
4	12.034	Aldrin	Id.	263.0+66.0+91.0	2789	2789.203 Counts
5	14.408	Clordano1	Id.	373.0+375.0	4354	4354.310 Counts
6	14.950	Clordano2	Id.	373.0+375.0	4173	4173.037 Counts
7	16.107	Dieldrin	Id.	79.0+108.0+263.0	763	763.245 Counts
8	17.020	Endrin	Id.	67.0+243.0+245.0+317.0+345.0	132	131.767 Counts
9	19.413	o' p' -DDT	Id.	235.0+165.0	480	480.496 Counts

Unidentified Peaks

Quan Ions: RIC Spectrum Match Type: Normal-Forward
 RF Used: 1.000 Match Thresh: 400

#	RT	Compound Name	Status	Area	Amount	R.Match
10	5.029	Search Failed	Unk.	91825	45.972	---
11	6.321	Diethyl Phthalate	TIC	47517	23.789	797
12	6.385	Cyclooctasiloxane, hexadecam	TIC	60400	30.239	813

Sample Preparation

Vial: 14 Injection Number: 1 Volume: 1.0 uL Position: 1

Run Log

MODULE ATTRIBUTES Printed: 15/12/2009 05:08 p.m.
 Module: Saturn 2000.40

MS Workstation Version 6.20
 Module Software Version:
 Module Option Keys:

FF11
 EI SIS MS/MS

Setpoints

Trap Temperature: 200 degrees C
 Manifold Temperature: 100 degrees C
 Transfer Line Temperature: 200 degrees C
 Filament Number: 1

CURVAS DE CALIBRACIÓN PARA LA VALIDACIÓN DE COP's

1era Curva de calibración

Compuestos	ug-mL	ug-mL	ug-mL	ug-mL	ug-mL	P V 0.03 ug-mL PCLS											
	0,01	0,02	0,04	0,05	0,1	Area	Area	Area	Area	Area	b	m	r2	Area	ug-mL	% Recup	
Hexaclorobenceno	2186	3327	5206	6441	11547	1177,90	103715,85	1,00	4228	0,029	98,03						
4,4-diclorobifenilo	45476	48026	43156	45547	44448				45210		99,73						
Heptacloro	978	1677	2757	3410	6293	444,35	58605,69	1,00	2241	0,031	102,19						
Aldrin	3162	3811	5936	7677	11546	2223,85	95512,60	0,99	4873	0,028	92,45						
Clordano	5345	9186	14477	17657	32511	2720,55	298060,16	1,00	11704	0,030	100,47						
Dieldrin	610	1202	1864	2197	3945	380,15	35987,40	1,00	1394	0,028	93,91						
Endrin	198	418	693	873	1613	79,06	15453,25	1,00	856	0,027	90,98						
σ' p' -DDT	881	1602	2917	3631	6837	270,78	65973,17	1,00	2403	0,032	107,73						

2da Curva de calibración

Compuestos	ug-mL	ug-mL	ug-mL	ug-mL	ug-mL	P V 0.03 ug-mL PCLS											
	0,01	0,02	0,04	0,05	0,1	Area	Area	Area	Area	Area	b	m	r2	Area	Conc	% Recup	
Hexaclorobenceno	1924	3075	5144	6272	12376	652,63	116035,77	1,00	4151	0,03	100,50						
4,4-diclorobifenilo	46016	43554	43960	44437	46037				42091		93,95						
Heptacloro	840	1369	2528	3063	5947	246,39	56886,59	1,00	1729	0,03	86,88						
Aldrin	2527	3650	6005	6546	11108	1819,52	94265,45	0,99	4349	0,03	89,45						
Clordano	5141	8231	13934	17670	34712	1433,54	329637,80	1,00	10243	0,03	89,08						
Dieldrin	653	913	1743	2350	4042	246,68	38489,02	0,99	1289	0,03	90,27						
Endrin	184	317	715	811	1626	22,33	16097,15	1,00	655	0,03	84,88						
σ' p' -DDT	773	1181	2105	3122	6615	-157,37	66285,77	0,99	1619	0,03	89,33						

3da Curva de calibración

Compuestos	ug-mL	ug-mL	ug-mL	ug-mL	ug-mL	P V 0.03 ug-mL PCLS											
	0,01	0,02	0,04	0,05	0,1	Area	Area	Area	Area	Area	b	m	r2	Area	conc	% Rec	
Hexaclorobenceno	2614	3885	6607	7095	13262	1535,14	117215,04	1,00	4855	0,028	94,41						
4,4-diclorobifenilo	44864	45987	45070	44871	46341				44402		97,74						
Heptacloro	1028	1759	3072	3867	6719	516,55	63010,16	1,00	1969	0,023	76,84						
Aldrin	3178	4924	6638	7998	12918	2493,17	105409,76	0,99	5186	0,026	85,15						
Clordano	5774	9808	16441	21802	38137	2571,97	359555,28	1,00	11486	0,025	82,64						
Dieldrin	792	1479	2235	2684	4513	574,63	40135,77	0,99	1640	0,027	88,48						
Endrin	161	305	569	680	1242	67,67	11902,85	1,00	319	0,021	70,38						
σ' p' -DDT	999	1337	1945	2823	5324	328,10	49034,15	0,99	1376	0,021	71,24						

ESTANDARES DE 0,01 µg/ L de COP's

Compuestos	0.01 ug-L-1			0.01 ug-L-2			0.01 ug-L-3			0.01 ug-L-4			0.01 ug-L-5			0.01 ug-L-6			0.01 ug-L-7		
	Area	Con	% Rec	Area	Con	% Rec	Area	Con	% Rec	Area	Con	% Rec	Area	Con	% Rec	Area	Con	% Rec	Area	Con	% Rec
Hexaclorobenceno	1814	0,0100088	100,09	1732	0,009302	93,02	1706	0,00908	90,78	1923	0,01095	109,48	1640	0,00851	85,09	1885	0,010621	106,21	1970	0,0113532	113,53
4,4-diclorobifenilo	46272		103,28	44873		100,16	43972		98,15	44740		99,86	41274		92,13	43013		96,01	45957		102,58
Heptacloro	782	0,0084154	94,15	674	0,007517	75,17	748	0,00882	88,18	793	0,00861	96,09	785	0,00847	94,68	795	0,008644	96,44	743	0,0087298	87,30
Aldrin	3036	0,0129048	129,05	2834	0,010762	107,62	2944	0,00769	76,86	2802	0,01042	104,22	2725	0,00861	96,06	2595	0,008227	82,27	2789	0,0102846	102,85
Clordano	4192	0,0083682	83,68	3656	0,006742	67,42	3847	0,00732	73,22	4280	0,00864	86,35	3580	0,00651	65,12	4206	0,008411	84,11	4173	0,0083105	83,11
Dieldrin	725	0,0124274	124,27	700	0,011778	117,78	638	0,01017	101,67	698	0,01173	117,26	663	0,01082	108,17	726	0,012453	124,53	763	0,0134147	134,15
Endrin	147	0,0077451	77,45	128	0,006565	65,65	161	0,00861	86,15	121	0,00613	61,30	108	0,00532	53,22	138	0,007186	71,86	132	0,0068133	68,13
o' p'-DDT	622	0,0117578	117,58	638	0,011999	119,99	517	0,01017	101,74	869	0,01548	154,84	502	0,00995	99,47	507	0,010023	100,23	480	0,0096155	96,16