

334

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

ANALISIS DE PESTICIDAS POR CROMATOGRAFIA DE GASES.

TESIS
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERIA QUIMICA

PRESENTA

VALENZUELA RAMOS, LUIS ALFONSO



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA

- Q. CARMEN RIVERA
- Q. CARLOS ROMO M.
- Q. VICTOR M. CORONADO B.
- Q. J. ARTURO CAMPOS ROBLES
- Q. PEDRO VILLANUEVA G.

LUGAR DONDE SE DESARROLLO EL TEMA

FACULTAD DE QUIMICA U.N.A.M.
INSTITUTO DE QUIMICA U.N.A.M.

ASESOR DEL TEMA

Q. CARLOS ROMO MEDRANO.

CLAS. 1974
ADQ. 3000
FECHA 12-23
PROC. _____

331
384



TUCUMÁN

A mi padre:

Sr. Guillermo Valenzuela López

"Todas las palabras son pocas para
agradecerle y poder decirle que -
todo lo que soy se lo debo a usted.

" Mi cariño y respeto para vos"

A mi Madre:

Sra. Olga E. de Valenzuela
Con todo mi cariño por su amor
comprensión y trabajo con que -
colaboré para ser de mi la obra
máxima: un profesionista

Para mi novia:

Srita. C.F.B. Irma Eoticia Carrasco S.

Para ti mi amor por todos tus consejos
y motivaciones que tanto me ayudaron -
para ver realizado uno de mis mas grandes
anhelos.

Para mis tios:

Alfonso F. Hirata K.

Veneranda P. de Hirata

Por la ayuda brindada en mi
formación profesional.

Para mis Hermanos:

Lidia

Rosario

Fco. Javier

Guillermo

Olguita

Con Cariño deseandoles que pronto
se vean realizadas sus metas.

Cariñosamente a mis tios y
primos.

A la Facultad de Química

Al Químico:

Carlos Romo Medrano

Por su atinada dirección
en el desarrollo de esta
tesis.

Mi agradecimiento.

A mis Maestros

A mis Amigos

Analisis de Pesticidas por Cromatografía de gases

I N D I C E

	Pag.
I Introducción	1
II Generalidades	3
III Tecnicas de Extracción	21
IV Discusión	41
V Conclusiones	41
VI Bibliografía	45

INTRODUCCION

El presente trabajo bibliográfico trata de llevar --- una descripción somera como nos es posible de la determinación cromatográfica de los residuos de pesticidas, tanto en los -- suelos como en productos agrícolas deseando contribuir un poco, a la información existente al respecto.

Como sabemos, el uso de insecticidas en la agricultura está firmemente establecido y las cantidades usadas se incrementan diariamente. El desprecio indudable a los daños -- causados por el uso no adecuado de estos materiales afecta y son expresados por efectos dañinos, los cuales son extremadamente estables y pueden acumularse en el hombre y su medio -- ambiente.

Un examen de alimentos tomados en la cosecha, o bien, en estado final de producción, nos da una medida de la cantidad máxima de residuo de pesticida que será ingerido por el -- hombre. Así pues, algunos alimentos son preparados y extra--- idos antes de ser consumidos, como parte de éste estudio bibliográfico de métodos de determinación de residuos de pesticidas, se considera interesante determinar el grado de pérdida de estos compuestos durante la extracción.

Este trabajo trata de dar una información somera en forma de tablas que contienen datos sobre su extracción y método cromatográfico sobre su análisis como por ejemplo si no sotros queremos analizar un problema cualquiera, vemos las - tablas y buscamos el pesticida, una vez localizado veremos - la información acerca de las condiciones de trabajo para realizar la cromatografía de gas e identificarlo cualitativa y - cuantitativamente, por ejemplo, si quisieramos saber si una - muestra determinada de suelo o si algún producto agrícola -- contiene Aldrin; primeramente buscamos la técnica de extrac - ción adecuada para éste, una vez que tengamos el producto de la extracción buscamos en tablas y vemos cuáles son las condiciones adecuadas para el análisis. (2)

GENERALIDADES

a).- Historia de la Cromatografía:

En 1906 el investigador ruso Tswett, (que por muchos es considerado el padre de la cromatografía) realizó un experimento, que pasó a ser legendario, con el que demostró que el color verde de las hojas está originado por distintas sustancias coloridas, experimento al que la cromatografía (literalmente: escritura de colores) debe además su nombre.

En el año de 1950 hace aproximadamente un cuarto de siglo desde que comenzó el desarrollo sistemático de la cromatografía, es decir la cromatografía de papel como técnica de análisis, fue llevada a cabo por un grupo de investigadores británicos, constituyeron así una base para un método que finalmente se convertiría en el método principal y más utilizado de separación, en el dominio de la química.

Uno de los colaboradores más inspirado de este grupo fue el profesor Dr. A.J.P. Martin, que por su trabajo en este terreno recibió en 1952 el premio nobel de química.

A pesar de que la cromatografía en sus distintas formas ha llegado en el mundo de la química a pertenecer a las tareas rutinarias, sigue con todo el vigor el hecho de que una caja con botones, tan complicada como es un cromatógrafo ----

de gas, continúa siendo para los no profesionales un extraño inscriptor totalmente automático con el que se puede hacer -- mucho, pero no comprenden que es exactamente.

Todos nosotros seguramente alguna vez nos hemos formulado la pregunta ¿ Qué es la cromatografía ?

Cuando Ud. deja caer una gota de "tinta" sobre un -- papel secante, sabe por experiencia que la tinta es chupada ó absorbida fácilmente por la superficie fibrosa.

Pongamos ahora el papel secante con la gota de "tinta" en un fondo de agua. El agua subirá poco a poco por el -- papel, y la mancha de "tinta" que tiende a disolverse en el -- agua, se hallará expuesta a dos influencias: tiende a ascen-- der con el agua, pero es retenida por la fibra del papel. -- Ahora bien, resulta que estas fuerzas no son iguales para cla ses de "tintas" diferentes. Una sería más soluble que la -- otra, y también la fuerza con que son absorbidas difiere por lo general. Por tanto, tomando en cuenta esto, si vertemos -- una mezcla de "tinta" en papel secante y repetimos la prueba en tes mencionada, un color se disolverá primero que el otro en el agua, de manera que después de algún tiempo se verán sepa radamente en el papel. Con éste experimento queda demostrado el principio de la cromatografía.

El principio es, en el fondo, que cada sustancia se ve forzada a "elegir" entre una fase no-móvil (estática) y -- una fase en movimiento (dinámica). La fase estática es en éste caso el papel, la fase móvil el agua o sea que para cada - sustancia la elección es distinta.(1)

Otras formas distintas de cromatografía son:

- 1.- Cromatografía de capa fina: Es el método - más estrechamente relacionado a la cromatografía de papel.
- 2.- La cromatografía de columna: Es la forma - básica de la cromatografía.
- 3.- Cromatografía de gas: Es una variante muy mecanizada y automatizada de la cromatografía de columna.

1.- Cromatografía de Capa Fina.

Para la cromatografía de capa fina se usa en lugar - de papel, una placa de cristal, donde se coloca una capa muy fina, y sobre todo muy igual ó uniforme, de sustancia absorbente (p.e. óxido de aluminio) como fase estática.(se hace diluyendo la sustancia hasta obtener una pasta, que se extiende sobre la placa de cristal, dejando hasta que se seque) Después se coloca una pequeña cantidad de la mezcla que hay que separar, en la placa, y a continuación se coloca en un depósi - to, con una sustancia líquida (fase móvil, solvente y eluyente o eluyente). Como sustancia móvil, se usa en general dis - solventes orgánicos, como por ejemplo benceno, cloroformo, ace-

tona etc. ó mezcla de ellos. (1)

2.- Cromatografía de columna.

Los procesos básicos responsables de las separaciones cromatográficas son, absorción y separación o partición. La última es más popular. Aunque las separaciones pueden llevarse a cabo por medio de análisis por elución, frontal, y de desplazamiento, en la práctica, la técnica de elución es la más común y la única que se considera. (8)

3.- Cromatografía de gas

La cromatografía de gas es una técnica para separar sustancias volátiles por medio de la filtración de una corriente de gas sobre una fase estacionaria. Si la fase estacionaria es un sólido, se habla de cromatografía gas-sólido. Esta técnica depende de las propiedades de adsorción del empaque de la columna para muestras, en especial gases.

Si la fase estacionaria es un líquido, se habla de cromatografía de gas-líquido.

La amplia variedad de fases líquidas con temperaturas usables hasta 400 C hacen de la cromatografía gas líquido la forma más versátil y selectiva de la cromatografía de gases.

Ramsey en 1905 fué el primero en usar la Cromatografía, separando mezclas de gases y vapores; en estos experimentos usó adsorción selectiva o desorción de sólidos adsorbentes, tales como carbón de leña activo. Al año siguiente Tsweet obtuvo bandas discretamente coloreadas de pigmentos de plantas

en una columna cromatográfica.

La sensibilidad, exactitud y simplicidad - de éste método de separación, identificación y determinación de compuestos volátiles, ha resultado en un admirable desarrollo de la cromatografía de gas. (5)

Las partes básicas de un cromatógrafo son: (12)

- a.- La fuente de gas portador puro
(a presión alta)
- b.- Un controlador exacto de flujo.
- c.- Inyector
- d.- Columna empacada con:
Una fase líquida de distribución constante.
Un soporte sólido inerte con una -
superficie de absorción grande.
- e.- Detectór (con electrónica necesaria)
- f.- Registrador
- g.- Termostato para inyección, columna y detector.

A.- GAS PORTADOR

Un cilindro de gas a alta presión sirve como fuente de gas portador. La cromatografía de gas isotérmica, la permeabilidad o resistencia de una columna no cambia durante un análisis. Se usa un regulador de presión para asegurar una presión uniforme en la entrada de la columna y por lo tanto una tasa de flujo de gas constante. A una temperatura dada, esta tasa de flujo constante eluirá los componentes en un tiempo característico (tiempo de retención). (13)

Los gases comunmente usados son hidrógeno, helio, nitrógeno.

El gas portador debe ser:

- 1.- Inerte
- 2.- Capaz de minimizar la difusión gaseosa.
- 3.- Puro y fácil de obtener.
- 4.- Barato
- 5.- Conveniente para uso del detector.

La eficiencia de la columna depende de la selección de la velocidad lineal correcta de gas. Un valor común para columnas de 1/4" DO es de 75 ml/mm., para columnas de 1/8" DO 25 ml/mm. La tasa de flujo óptimo puede ser determinada experimentalmente haciendo una simple delineación de Van Deemter de AEPTC (alto equivalente de platos teórico) contra velocidad lineal de gas.

Una manera de medir las tasas de flujo de gas es con un medidor de flujo de burbuja de jabón y un cronómetro ó con un rotámetro.

B.- Introducción de la Muestra.

La muestra debe introducirse en forma instantánea en la columna, en forma de inyección por medio de jeringas especiales. Una buena revisión en la técnica de muestreo es subir la temperatura de inyección y reducir el tamaño de la muestra.

Si cualquiera de estos factores aumenta el número de platos teóricos, es que se ha usado un procedimiento pobre de muestreo.

Recientemente han aparecido en el mercado dispositivos para la inyección directa de sólidos. (Pirrolizador, en el cual aumentando la temperatura volatiliza las sustancias, ya sean plásticas, pinturas, alcaloides, etc.).

La técnica usada para la introducción de gases, líquidos y soluciones, es la introducción de una aguja hipodérmica a través de una tapa de goma sellada e inyectar volúmenes previamente medidos de una jeringa adjunta y dar una reproducción de un 2% relativo.(13)

C.- Columnas.

La tubería de la columna puede ser de cobre o acero inoxidable, aluminio y vidrio, en forma recta, doblada o en espiral. El cobre es el menos apropiado debido a que se presenta adsorción o reacción con componentes de la muestra.

Ciertos compuestos inestables, tales como esteroides, pueden ser separados mejor en columnas de vidrio. En general se usan columnas de acero inoxidable, empacadas cuando se presenta en forma recta, para obtener un empaque uniforme y luego puestos en espiral para facilitar tamaños largos en el termostato usado. Las columnas rectas son más eficientes, pero

pueden ser difíciles, especialmente cuando se trabaja a altas temperaturas; si se presenta en forma enrollada el diámetro - espiral debe ser a lo menos diez veces el diámetro de la columna para evitar efectos de difusión destructivos; los largos del empaque de las columnas varían desde unos pocos centímetros hasta 50 metros de largo. Mayores longitudes de las - columnas dan más platos teóricos; pero debido a una caída de presión mayor, las columnas de más de 9 metros son más difíciles de usar siempre y cuando no sean columnas capilares.

Los diámetros de las columnas varían de 0.01" a 2" - DI (pulgadas). Columnas más anchas muestran efectos de difusión destructivos y pueden ser muy caras de llenar. Columnas demasiado angostas presentan problemas de empaque y requieren altas presiones y tamaños de muestras aún más pequeños.

Soporte sólido:

El propósito del soporte es proveer el medio de distribución de la fase líquida en forma uniforme sobre una gran superficie. El soporte sólido debe ser:

- 1.- Inerte (para evitar la adsorción)
- 2.- De fuerza de opresión alta (duro para que no se quiebre al manejarlo)
3. Superficie total grande.
- 4.- De forma rectangular y tamaño uniforme.

Fase Estacionaria.

La selección correcta del solvente de partición a usarse es probablemente el parámetro más importante en la ---

cromatografía de gas-líquido. Igualmente el solvente debe tener las siguientes características:

- 1.- Las muestras deben exhibir diferentes coeficientes de distribución.
- 2.- Las muestras deben tener una solubilidad razonable en el solvente.
- 3.- El solvente debe tener una presión de vapor imperceptibles bajo temperaturas de operación.

Temperatura.

Para ser más exactos se debe describir la temperatura de la cámara de inyección, de la columna y del detector. Debido a que estas tres temperaturas proveen diferentes funciones, es mejor que el aparato posea tres controles de temperatura diferentes.

- 1.- Temperatura del puerto de inyección; debe ser suficientemente alta para que vaporice la muestra tan rápidamente como se inyecte de manera que no haya pérdida de eficiencia en la técnica de inyección. Por otra parte, la temperatura debe ser suficientemente baja para evitar descomposición o rearrreglo térmico.
- 2.- La temperatura de la columna debe ser suficientemente alta para que el análisis se obtenga en un lapso razonable y suficientemente baja para obtener en los picos la separación deseada.
- 3.- Temperatura del detector.

La influencia de la temperatura sobre el -

detector depende considerablemente del tipo de detector usado; sin embargo, - puede decirse que el detector y las - conexiones de salida de la columna al detector deben tener la temperatura - necesaria para evitar que se conden-- se la muestra(o la condensación de - la fase líquida).

Detectores.

El detector indica la presencia y mide la cantidad de componente en el efluente de la columna. Los detectores se clasifican de acuerdo al tipo de cromatografía que producen, los cuales pueden ser de tipo integral o de tipo diferencial.

Los detectores integrales ofrecen una señal, en función del tiempo, proporcional a la cantidad total que ha pasado por el detector; la señal se mantiene en el valor que indica el total de sustancia detectada, incluso - cuando ésta ya ha salido del detector, y cuando aparece - una segunda sustancia, la señal correspondiente se adicio na a la anterior. Con este tipo de detectores se obtiene un registro en el cual a cada sustancia le corresponde un - peldaño y la altura de cada uno de ellos es proporcional a la cantidad de la sustancia correspondiente.

Los detectores diferenciales presentan la información en forma de una curva, que en realidad es la derivada del registro integral, pues no registra la relación (m/t), o bien (m/V). En efecto: el punto de infle-

xión, en el registro integral, corresponderá a un máximo en el diferencial y la línea de registro volverá a cero-- (o el valor de señal de cero) entre dos sustancias que - esten perfectamente separadas.

Hay detectores de conductividad térmica, --- detectores de ionización de flama, detectores de captura- de electrones, detectores de Helio, detectores de fosforo detectores micro-transversal.

Registrador.

La practica actual es usar un registrador - con gráfica de banda para obtener un registro permanente. Se recomienda una escala total de 1 mv/1 seg. Cada dia se presta más atención a los análisis rápidos y a la influencia de la velocidad del registrador en la forma de los picos. Actualmente se venden registradores hasta con 7 velocidades, que van de 0.1 a 10 pulgadas por minuto. (5,13,14)

P E S T I C I D A S.

A las sustancias o productos químicos que se utizen para el combate de las plagas que atacan los cultivos se les clasifica de acuerdo con su naturaleza química en: productos derivados de la química orgánica y derivados de la química inorgánica, estando entre los derivados de la química Inorgánica los productos de origen mineral como el azufre, Arsénico, compuestos fluorados, tales como el - Fluoaluminato de sodio (Criolita), y entre los derivados de la química orgánica, los derivados de las plantas ó - de origen vegetal y los de origen mineral como los aceites minerales y de acuerdo con su especificidad se les de nomina insecticidas (del latín : Insectorum-insecto y de Caedere-matar). (7.10)

Segun el modo de actuar de los insecticidas. es tos se clasifican en:

- a.- Insecticidas de Contacto
 - b.- Insecticidas de veneno Estomacal
 - c.- Fumigantes
- a.- Insecticidas de contacto.

Se les da éste nombre aquellos materiales - que son aplicados directamente sobre los insectos en algunos estadios del ciclo de su vida, ya sea al estado de huevecillos, larvas o pupas o bien en estado adulto, preservan su acción destructiva por penetración a través de los espiráculos o bien por los poros sensoriales, que se encuentran en varias partes de su cuerpo ó bien directamente

a través de las paredes del insecto. Para que sean eficaces, estos compuestos tienen que ponerse en contacto con todos los miembros de una población de insectos.

También se les conoce con el nombre de insecticidas exterminadores.

Insecticidas de Veneno Estomacal.

Son aquellos insecticidas que son ingeridos por los insectos junto con las partes de las plantas con que se alimenta, pasando a su estómago y originando la muerte del insecto por destrucción del aparato digestivo.

Estos venenos se pueden aplicar tanto en forma de nebulaciones como de espolvoreos, otros se aplican en forma de cebos adicionados a un agente atrayente, o también en tal forma que el insecto incidentalmente ingiera el veneno al adherirse éste a sus patas, antenas y limpiarle con su aparato bucal.

Fumigantes.

Los fumigantes son aquellos materiales que pasan al estado gaseoso y que destruyen a los insectos al ponerse en contacto con ellos, en alguno de los estadios de su vida y se aplican generalmente en espacios cerrados.

DIVISION DE ACUERDO A SUS CARACTERISTICAS.

Insecticidas Inorgánicos:

- 1.- Óxido Arsenioso
- 2.- Pentóxido de Arsénico
- 3.- Arseniato tricálcico
- 4.- Crielita ó Fluoroaluminato de Sodio

- 5.- Acido Bórico
- 6.- Borax
- 7.- Seleniato de Sodio

Insecticidas Orgánicos Naturales

- 1.- Nicotina
- 2.- Normicotina
- 3.- Anabasina
- 4.- Piretro
- 5.- Cinerinas
- 6.- Aletrinas

Insecticidas Orgánicos Sintéticos

- | | |
|----------------|--|
| 1.- D D T | 7.- Dieldrin |
| 2.- Metoxiclor | 8.- Pirofosfato Tetra
etílico |
| 3.- T D E | 9.- Paratión |
| 4.- D F D T | 10.- Octametil Pirofos
faramida. etc. |
| 5.- Clordano | |
| 6.- Aldrin | |

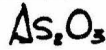
Fumigantes.

- 1.- Acido Cianhídrico
- 2.- Tetracloruro de Carbono
- 3.- Dicloruro de Etileno
- 4.- p-Diclorobenceno
- 5.- Naftaleno
- 6.- Sulfuro de Carbono

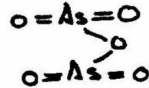
NOMBRES Y FORMULAS (3,6,9)

Insecticidas Inorgánicos:

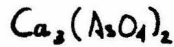
- 1.- Oxido Arsenioso



- 2.- Pentóxido de Arsénico



- 3.- Arseniato Tricálcico



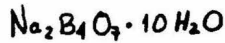
- 4.- Criolita ó Fluoruro de Aluminio de Sodio



- 5.- Acido Bórico



- 6.- Borax

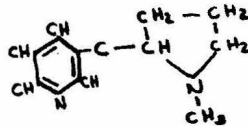
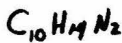


- 7.- Seleniato de Sodio



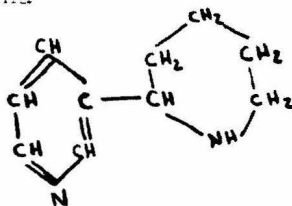
Insecticidas Orgánicos Naturales:

- 1.- Nicotina

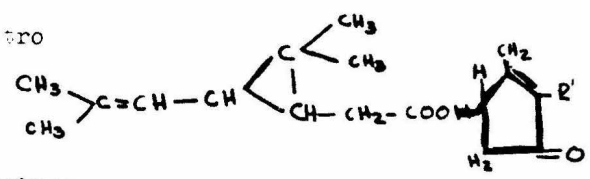


- 2.- Nornicotina

- 3.- Anabasina

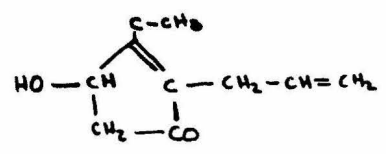


4.- Dinitro



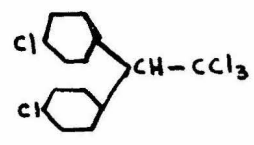
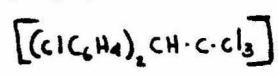
5.- Cinerinas

6.- Aletrinas

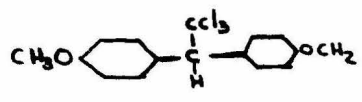


Insecticidas Organicos Sintéticos:

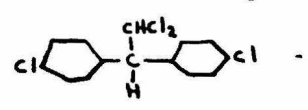
1.- D D T



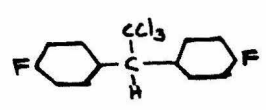
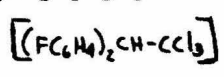
2.- Metoxiclor



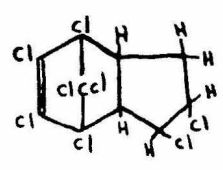
3.- T D E



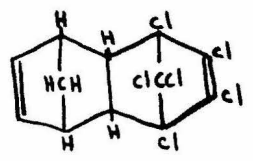
4.- D F D T



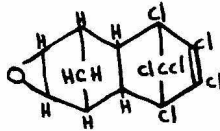
5.- Clordano



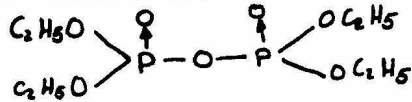
6.- Aldrin



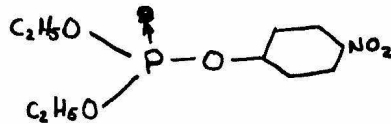
7.- Dieldrin



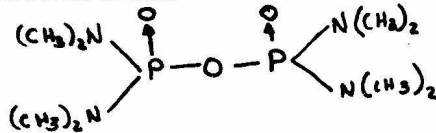
8.- Pirofosfato Tetraetilico



9.- Paration



10.- Octametilpirofosfaramida

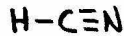


11.- Fenoxatifna



Fungicidas:

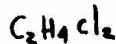
1.- Acido Cianhídrico



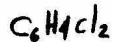
2.- Tetracloruro de Carbono



3.- Dicloruro de Etileno



4.- Para-Diclorobenceno



5.- Naftaleno



6.- Sulfuro de Carbono



TECNICAS DE EXTRACCION Y SEPARACION DE PESTICIDAS.

En el análisis de pesticidas, el problema mas importante es el que se refiere a la separación y extracción del pesticida, ya que no existe un procedimiento -- general que pueda emplearse para todos los pesticidas o -- para cualquier tipo de muestra.

Por esta razón, aún existiendo un gran numero de procedimientos para el análisis de pesticidas se tendrá un problema más o menos complicado dependiendo de si el análisis esta familiarizado con la historia de la muestra. (1)

Método Cassil

Este es un procedimiento de separación y extracción muy simple y muy efectivo, diseñado en especial para ciertos tipos de extractos de legumbres y frutas.

Los extractos de hojas de legumbres, contienen una cantidad apreciable de clorofila y grasas que deben eliminarse porque en algunas ocasiones por descomposición de los mismos pueden falsearse los resultados.

Este procedimiento se emplea con muy buenos resultados en apio, alfalfa, col, remolacha, durazno, berros y extracto de pera.

Material requerido:

Benceno saturado con agua
Isopropanol
Papel Filtro
Embudos
Adsorbente: Nuchar-Attaclay
Embudos de separación
Probetas graduadas
pipetas
Vesos
Matraces Erlenmeyer

Procedimiento:

1.- La muestra para el análisis se toma al azar o estadísticamente y se prepara en forma adecuada para la extracción con el solvente.

Los vegetales y el heno se desmenuzan en forma normal y se mezclan con el solvente de extracción.

En el caso de frutas hay dos formas de tratarlas :

- a.- La superficie contaminada se puede obtener quitando la cáscara, pesándola y mezclando la con un volumen igual de solvente.
- b.- Pedazos de frutas, de peso conocido, se pueden preparar suspendiéndolos en el solvente y homogeneizando.

- 2.- Por cada gramo de material que se tome como muestra - es necesario adicionar 3 ml de una solución de 12 ml de benceno y 1 ml de Isopropanol.
- 3.- La muestra y el solvente, se mezclan durante 5 minutos con un homogeneizador.

NOTA.- Debe evitarse lo mas posible la formación de emulsiones. Si esto sucediera será necesario centrifugar - para romper la emulsión .

- 4.- Colocar aproximadamente 25 ml del extracto en un embudo de separación y extraer con 2 porciones de 25 ml de agua para eliminar el Isopropanol.
- 5.- Agregar 2.5 g de Nuchar-Attaclay, a los 25 ml del extracto de benceno; agitar durante 30 segundos y filtrar.
- 6.- Inyectar 5 ul , del filtrado en el cromatógrafo de gas ó aplicar esta cantidad para separación e identificación por cromatografía de capa fina.

NOTA.- Si la concentración del pesticida es mayor que el limite de detección y resolución del sistema empleado para la separación (C C ó C C F), - deberan hacerse diluciones.

Método de Langlois-Stemp-Liska

El Langlois-Stemp-Liska, es rápido, es un solo paso y aplicable a una gran variedad de muestras.

Con éste método se obtienen excelentes resultados al analizar productos de leche y derivados, huevos tejidos grasos, jamón, sangre y suelos. Usando éste método un técnico puede analizar de 25 a 30 muestras en un periodo de 8 horas.

Material:

Cloruro de Etileno

Eter de petróleo

Columna (20 mm X 600 mm)

Lana de Vidrio, para tapar uno de los extremos de la columna.

Florisil (malla 60-100) activada a 550 C (activada por el fabricante)

n-hexano

NOTA.- El florisil puede reactivarse, calentándolo durante 12 ó 14 horas a 300 C. Posteriormente es desactivado parcialmente agregando 5% de agua y volviéndolo a secar. Este barrido durante 4 horas a 300 C.

Procedimiento:

- 1.- Colocar 25 g de Florisil en la columna y lavar con 50 ml de Cloruro de Metileno: Éter de petróleo (50:50), descartando los lavados.
- 2.- Mezclar completamente la muestra (que contiene menos de 1 g de grasa) con los 25 g de Florisil, para formar una masa semilíquida. Agregar esta masa a la columna, a modo de formar una capa de substancia en la parte superior.
- 3.- Diluir el pesticida con Cloruro de Metileno al 20 % en éter de Petróleo (rango de ebullición 30-70 C). Usando las siguientes cantidades del solvente para:

D D T, D D P, D D E y Lindano	150 ml
Heptacloro y Heptacloro Epoxido.....	250 ml
Dieldrin.....	550 ml
Endrin	650 ml

- 4.- Evaporar a sequedad, en baño maria a 50-60 C
- 5.; Disolver el residuo en 10 ml de hexano e inyectar 5 ul en el cromatógrafo de gases o tomar esta cantidad para aplicarla en las placas de capa fina.

En caso de ser necesario hacer un análisis de solventes, se debe utilizar el siguiente procedimiento:

ANÁLISIS	FASE MOBILE	SOPORTE	FLUJO	TEMPERATURA	MATERIAL COLUMNA	TEMPERATURA COLUMNA	TECNICA	MODELO	PAGINA
ALDRIN	XE-80 5%	CHROMOSORB G	FLUJO	1/8 IN DI X	VIDRIO		IONIZACION	AEROGRAPH	15
	AFL 2%	80/80 MALLAS	NITROGENO	1M			DE	MODELO 1700	16
							FLAMA		17
ALDRIN	MEZCLA	CHROMOSORB G	FLUJO	1/8 IN DI	ACERO INOXIDABLE	185°C	CAPTURA	AEROGRAPH	19
	BE-30 2.5	AW-DMCS	DE	X 5 FT	Y		ELECTRON	MODELO 1520	20
	QF 1 1.8%	80/100 MALLAS	NITROGENO		VIDRIO				21
	XE-80 1.5 TODO		40/80 ML/MIN		PYREX				22
	F EPIKOTE 1001 0.01%		ARGON 95% METANO 5%	1.2 M X	VIDRIO			CAPTURA	F & M
ALDRIN	DC 200 10%	DIATOPORT B	FLUJO TOTAL	4MM DI	DE BOROSILICATO	190°C	ELECTRON	MODELO 810	24
		80/100 MALLAS	70 ML/MIN						25
ALDRIN	LGOMA BILICON DE-SE-02 1.5% REBINA EPIKOTE 1001 0.15%	CHROMOSORB W	NITROGENO	1/8 IN DI X 2 FT	VIDRIO	160°C	CAPTURA		26
		80/100 MALLAS							27
	2 APIEZON L 1.3% EPIKOTE 1001 2%	CHROMOSORB W	100 ML/MIN	1/8 IN DI X 2 FT		190°C	ELECTRON		28
ACIDO 2 METIL 1,4 CLOROFENOXIACETICO DMCS	BE 30 SUCON 10%	CHROMOSORB W	FLUJO	2 M X 1/4 IN VIDRIO	VIDRIO	150°C	IONIZACION DE	PERKIN-ELMER	29
		100/80 MALLAS	NITROGENO 1.0 KG/CM ²	2M X 1/4 IN ACERO INOXIDABLE	ACERO INOXIDABLE		FLAMA	MODELO F-II	
MCPA ESTER METILICO PAR PIRUBIS DE SUS SALES TERAMETIL AMONIO	SE 30 SUCON 10%	CHROMOSORB W	FLUJO DE NITROGENO 1.0 KG/CM ²	2M X 1/4 IN VIDRIO	VIDRIO	150°C	IONIZACION DE	PERKIN-ELMER	30
		80/100 MALLAS		2M X 1/4 IN ACERO INOXIDABLE	ACERO INOXIDABLE		FLAMA	MODELO F-II	31

BENZOMARCO	E 301 5%	GAS-CHROMOSORB	NITROGENO Y AIRE LIBRE	1.5 M X	ACEBO	150°C	CAPTURA	VARIAN AERO	32
	METIL SILICON	Q 60/80 MALLAS	50 ML/MIN	3.5 MM DI	INOXIDABLE		ELECTRON	GRAPH MOD. 1520	33
BIOXIDO PIPERONILO CPBAI	SE 30 SILICON	CHROMOSORB W	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE 25 25 Y 200 ML/MIN	1/8 IN DI X	ESPIRAL DE VIDRIO DE	150°C	IONIZACION DE	VARIAN AERO-	34
	3%, 5%	80/100 MALLAS	25 Y 200 ML/MIN	5 FT	BOBOLUCA TO		FLAMA	GRAPH SERIE 1200	35 36
BROMACET	MEZCLA: QF 1 3% FLUORBU SANTOS (200) 11% 200 SILICON 2%	GAS-CHROMOSORB Q	NITROGENO	1/8 IN DOX	ESPIRAL DE VIDRIO DE	200°C	CAPTURA	AEROGRAF	37
		80/100 MALLAS	30 ML/MIN	5 FT	BOBOLUCA TO		ELECTRON	MODELO 204-B	
CARBAMATO	VE XE 80 10%	CHROMOSORB G	NITROGENO	1.4 M X	VIDRIO	200°C	IONIZACION	F&M	38
	EPIKOTE 1001 0.1%	AW/DMCS 80/100 MALLAS	180 ML/MIN	1.5 MM DI			DE	FLAMA	MODELO 1609
CARBAMATO	QF 1 4%	CHROMOSORB W	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 88 123 Y 3 ML/MIN	8 FT X 25 IN DO	VIDRIO PYBEX	115°C	IONIZACION DE	F&M MOD. 1609	38 39 40 41 42
		80/100 MALLAS	123 Y 3 ML/MIN				FLAMA		
DIBURDI	E 301 5%	GAS-CHROMOSORB Q	NITROGENO OXIGENO	1.5 M X 3.5 MM DI	ACEBO INOXIDABLE	150°C	CAPTURA	VARIAN AERO-	43
	(METIL SILICON)	60/80 MALLAS	50 ML/MIN				ELECTRON	GRAPH MOD. 1520	

ANALITO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS CARRREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO INSTRUMENTO (OPCIONAL)	REFERENCIA
DIAZINON	GOMA SILICON GE-XE52 13% RESINA EPIKOTE 1001 0.15% APIEZON L 1.3%, EPIKOTE 1001 2% SILICON GE-XE-80 1.3% EPIKOTE 1001 0.13%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO 100ML/MIN	2 FT X 1/8 IN DI	VIDRIO Y COBRE	180°C	CAPTURA ELECTRON		44
		CHROMOSORB W 80/100 MALLAS		2 FT X 1/8 IN DI	VIDRIO	190°C			
		CHROMOSORB G 70/80 MALLAS		6 FT X 1/8 IN DI	VIDRIO	200°C			
DIELDRIN	MEZCLA SE-30 2.5%; QF-1 1.0%; XE-80 1.5% TODO + EPIKOTE .01%	CHROMOSORB G AW-DMCS 80/100 MALLAS	FLUJO NITROGENO	5 FT X 1/8 IN DI	ACERO INOXIDABLE Y VIDRIO PYREX	185°C	CAPTURA ELECTRON	AEROGRAPH MOD. 1520	45 20 22
		DIATOPORT S 80/100 MALLAS	ARGON 95% METANO 5% FLUJO TOTAL 70 ML/MIN	1.2 MX 4 MM DI	VIDRIO BOROSILICATO	180°C	CAPTURA ELECTRON	F8 M MOD. 810	46 47
DIELDRIN	GOMA SILICON GE-XE52 13% RESINA EPIKOTE 1001.13 APIEZON L 1.3%, EPIKOTE 1001 2% SILICON GE-XE-80 1.3% EPIKOTE 1001 0.13%	CHOMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO 100ML/MIN	2 FT X 1/8 IN DI	VIDRIO Y COBRE	180°C	CAPTURA ELECTRON		48
		CHOMOSORB W 80/100 MALLAS		2 FT X 1/8 IN DI	VIDRIO	190°C			
		CHOMOSORB G 70/80 MALLAS		6 FT X 1/8 IN DI	VIDRIO	200°C			
DISULFOTON	DC-200(1.49); QF-(1.68) AMBOS + 10g CHRO- MOSORB DECS ESTA- BILIZADO 5% w/w	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE 20 14 170 ML/MIN	55CM X 2 MM DI	VIDRIO	173°- 183°C	FOSFORO	VARIAN AEROGRA- PH MODELO 2100	49 50 51
		CHROMOSORB W AW-DMCS 80/100 MALLAS	110CM X 1MM DI	FORMA DE U	182°- 182°C				
DISULFOTON OXIGENO ANALOGO	99	CHROMOSORB W 80 100 MALLAS CHROMOSORB W AW-DMCS 80 100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE 20 14 170 ML/MIN	55	VIDRIO FORMA DE U	55	FOSFORO	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 2100	48 50 51

PRUEBO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	BIBLIOGRAFIA
DISULFOTON SULFOXIDO	DC-200(4g) QF-(68g) X10g CHRO	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 20	55CM X 2MM DI	VIDRIO	175- 193°C	FOSFORO	VARIAN AERO-	49
	DEGS ESTABILIZA- DO 5% %w	CHROMOSORB W AW-DMCS 80/100 MALLAS	14 Y 170 ML/MIN	110CM X 1MM DI	FORMA DE U	182- 182°C		GRAPH MOD. 2100	50 51
D.D.T.	DC-200 10%	DIATPORT S 80/100MALLAS	ARGON 95% METANO 5% FLUJO TOTAL 70 ML/MIN	1.2M X 4MM DI	VIDRIO DE BOROSILICATO	190°C	CAPTURA ELECTRON	F8M MOD. 810	52 48
O,P DDT	MEZCLA SE-30 2.5% QF-1 1.0% XE-80 1.5% TODO +EPIKOTE .01%	CHROMOSORB G	FLUJO	5Ft X	ACERO INOXIDABLE Y	185°C	CAPTURA	AEROGRAPH	53
		AW-DMCS 80/100 MALLAS	NITROGENO	1/8 IN' DI	VIDRIO PYREX		ELECTRON	MOD. 1520	54 22 28
O, P DDT	GOMA SILICON GE-SE-82 1.3%; RESINA EPIKOTE 1001 0.15% APIEZON L-13%; EPIKOTE 1001 2% SILICON GE-XE-80 1.3% EPIKOTE 1001 .13%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN		VIDRIO Y COBRE	180°C	CAPTURA		55
		CHROMOSORB W 80/100 MALLAS			VIDRIO	190°C	ELECTRON		
		CHROMOSORB G 70/80 MALLAS			VIDRIO	200°C			
P, P' DDT	MEZCLA SE-30 2.5% QF-1 1.0% XE-80 1.5% TODO +EPIKOTE .01%	CHROMOSORB G	FLUJO	5Ft X	ACERO INOXIDABLE Y	185°C	CAPTURA	AEROGRAPH	56
		AW-DMCS 80 100 MALLAS	NITROGENO	1/8 IN' DI	VIDRIO PYREX		ELECTRON	MOD. 1520	54 22
P, P' DDT	IGUAL A 2 CUADROS ARRIBA	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN		VIDRIO Y COBRE	180°C	CAPTURA		54
		CHROMOSORB W 80/100 MALLAS			VIDRIO	190°C	ELECTRON		57
		CHROMOSORB G 70/80 MALLAS			VIDRIO	200°C			58

PROPUESTO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	BIBLIO- GRAFIA
DDT	DC-200 10%	DIATOPORT S 80/100 MALLAS	ARGON 95% METANO 5% FLUJO TOTAL 70 ML/MIN	1.2M X 4MM DI	VIDRIO DE BOROSILICATO	190°C	CAPTURA ELECTRON	F8 M MOD. 810	48 52
DDE	DC-200 10%	DIATOPORT S 80/100 MALLAS	ARGON 95% METANO 5% FLUJO TOTAL 70 ML/MIN	1.2M X 4MM DI	VIDRIO DE BOROSILICATO	190°C	CAPTURA ELECTRON	F8 M MOD. 810	19 59
ppDDE	MEZCLA: SE-30 2.5% QF-1 1% XE-80 1.5% TODO +EPIKOTE 1001 .01%	CHROMOSORB G AW-DMCS 80 100 MALLAS	FLUJO NITROGENO	5Ft X 1/8 IN' DI	ACERO INOXIDABLE Y VIDRIO PYREX	185°C	CAPTURA ELECTRON	AEROGRAPH MOD. 1520	60
ppDME	GOMA SILICON GE-SE-52 13% RESINA EPIKOTE 1001 0.15% APIEZON L 13% EPIKOTE 1001 2% SILICON GE-XE 80 1.3% EPIKOTE 1001 0.13%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN		VIDRIO Y COBRE VIDRIO VIDRIO	180°C 190°C 200°C	CAPTURA ELECTRON		61 22
ENDRIN	MEZCLA SE-30 2.5% QF-1 1% XE-80 1.5% TODO +EPIKOTE 1001 .01%	CHROMOSORB G AW-DMCS 80/100 MALLAS	FLUJO NITROGENO	5 Ft X 1/8 IN' DI	ACERO INOXIDABLE Y VIDRIO PYREX	185°C	CAPTURA ELECTRON	AEROGRAPH MOD 1520	62 63
ENDRIN	IGUAL QUE EL pp DME	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN		VIDRIO Y COBRE VIDRIO VIDRIO	180°C 190°C 200°C	CAPTURA ELECTRON		23 64 65

COMPUESTO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	BIBLIOGRAFIA
ENDOSULFAN A Y B	SILICON GE-SE-52 13% RESINA EPIKOTE 1001 .15% APIEZON L 13% EPIKOTE 1001 2% SILICON GE-XE-80 13% EPIKOTE 1001 .13%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN		VIDRIO Y COBRE VIDRIO VIDRIO	180°C	CAPTURA		68
						190°C	ELECTRON		
						200°C			
ETERES 2 4 DINI- TROFENILO	GE-XE 1% Y EPIKOTE 1001 0.1%	CHROMOSORB G 80/80 MALLAS		1.4 M X	VIDRIO	215 C	CAPTURA	CROMATOGRAFO	67
				1.5 MM DI			ELECTRON	GAS-LIQUIDO	68 69
FENOLES	GE-XE 1.0% EPIKOTE 1001 0.1%	CHROMOSORB G 60/80 MALLAS		1.4 M X	VIDRIO	215°C	CAPTURA	CROMATOGRAFO	67
				1.5 MM DI			ELECTRON	GAS-LIQUIDO	68 69
FORATO	DC-200 (4g) QF-1 (6g) X 10g CHRQ DEGS ESTABILIZADO 5% w/w	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB W AW-DMCS 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 20 14 Y 170 ML/MIN	55 CM X 2 MM DI	VIDRIO FORMA DE U	173° 193° C	FOSFORO	VARIAN AERO-	49
				110 CM X 1 MM		182° 182° C		GRAPH MOD. 2100	50 51
FORATO	APIEZON L Y EPIKOTE 1001	CHROMOSORB G 80/100 MALLAS		1.5 M X	VIDRIO	165 Y 190	FOSFORO	VARIAN AERO-	70
				5 MM DO		205-B		71	
FORATOXON	DC-200 (4g) QF-1 (6g) X 10g CHRQ DEGS ESTABILIZADO 5% w/w	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB W AW-DMCS 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 20 14 170 ML/MIN	55 CM X 2 MM	VIDRIO FORMA DE U	173- 193	FOSFORO	VARIAN AERO-	49
				110 CM X 1 MM		162- 182		GRAPH MOD. 2100	50 51

COMPUESTO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	BIBLIOGRAFIA
FORATO SULFOXIDO	DC-200 (Ag) QF-1 (6g) X 10g CHRO	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 20 14 Y 170 ML/MIN	55 CM X 2 MM DI	VIDRIO	173°- 193° C	FOSFORO	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 2100	49
	DEGS ESTABILIZADO 5% w/w	CHROMOSORB W AW-DMCS 80/100 MALLAS		110 CM X 1 MM	FORMA DE U	182°- 182° C			50
FORATO SULFON	DC-200 (Ag) QF-1 (6g) X 10g CHRO	CHROMOSORB W 80/100 MALLA	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 20 14 Y 170 ML/MIN	55 CM X 2 MM DI	VIDRIO	173°- 193° C	FOSFORO	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 2100	49
	DEGS ESTABILIZADO 5% w/w	CHROMOSORB W AW-DMCS 80/100 MALLAS		110 CM X 1 MM	FORMA DE U	182°- 182° C			50
FORATOXON SULFO XIDO	DC-200 (Ag) QF-1 (6g) X 10g CHRO	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 20 14 Y 170 ML/MIN	55 CM X 2 MM DI	VIDRIO	173°- 193° C	FOSFORO	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 2100	49
	DEGS ESTABILIZADO 5% w/w	CHROMOSORB W AW-DMCS 80/100 MALLAS		110 CM X 1 MM	FORMA DE U	182°- 182° C			50
FORATOXON SUL- FON	DC-200 (Ag) QF-1 (6g) X 10g CHRO	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 20 14 Y 170 ML/MIN	55 CM X 2 MM DI	VIDRIO	173°- 193° C	FOSFORO	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 2100	49
	DEGS ESTABILIZADO 5% w/w	CHROMOSORB W AW-DMCS 80/100 MALLAS		110 CM X 1 MM	FORMA DE U	182°- 182° C			50
FOSFAMIDON	APIEZON L Y EPIKOTE 1001	CHROMOSORB G 80/100 MALLAS		1.5 M X 5 MM DO	VIDRIO	185° Y 190° C	FOSFORO	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 205-B	70
									71
FOSFATOS	SE-30 10 EPIKOTE 1001 TECNICA EVAPORACION	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	H ₂ N ₂ Y AIRE A 20 25 Y 200 ML/MIN	150 CM X	VIDRIO		FOSFORO	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 205-B	72
	APIEZON L EPIKOTE 1001 TECNICA FILTRACION	CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	H ₂ N ₂ Y AIRE A 20 22 Y 300 ML/MIN	5 MM DO					73

COMPUESTO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATOGRAFO (OPCIONAL)	BIBLIOGRAFIA
FOSFOROTIIONATOS	SE-30 10% EPIKOTE 1001 TECNICA EVAPORACION	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	H ₂ N ₂ YAIRE A 20 25 Y 200 ML/MIN	150 CM X	VIDRIO		FOSFORO	VARIAN AERO-	72
	APIEZON L Y EPIKOTE 1001 TECNICA EVAPO- RACION	CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	H ₂ N ₂ YAIRE A 20 22 Y 200 ML/MIN	5 MM DO				GRAPH MOD. 205-B	73 74
FOSFOROTIOLATOS	SE-30 10% EPIKOTE 1001 TECNICA EVAPORACION	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	H ₂ N ₂ YAIRE A 20 25 200 ML/MIN	150 CM X	VIDRIO		FOSFORO	VARIAN AERO-	72
	APIEZON L Y EPIKOTE 1001 TECNICA EVAPO- RACION	CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	H ₂ N ₂ YAIRE A 20 22 Y 200 ML/MIN	5 MM DO				GRAPH MOD. 205-B	73 74
FOSFOROTIOLATIONA TOS	99	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	H ₂ N ₂ YAIRE A 20 25 Y 200 ML/MIN	150 CM X	VIDRIO		FOSFORO	VARIAN AERO-	72
		CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	H ₂ N ₂ YAIRE A 20 22 Y 200 ML/MIN	5 MM DO				GRAPH MOD. 205-B	73 74
FLUOMETURON	SE-301 5% (METIL SILICON)	GAS CHROMOSORB Q 80/80 MALLAS	FLUJO NI- TROGENO Y OXIGENO LI- BRE A 50 ML/MIN	1.5 M X	ACERO	150°C	CAPTURA ELECTRON	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 1520	32 33
				3.5 MM DI	INOXIDABLE				
FUNGICIDA OR- GANO MERCURIAL	POLIETILENGLICOL 1% SUCCINATO	CHROMOSORB G 80/80 MALLAS	FLUJO	1.5 M X	VIDRIO	140°	HOJA DEL- GADA DE POISSON	CROMATOGRAFO	75
			NITROGENO	3.0 MM DI		180°C			
HIDROCARBUROS CLORADOS	DC-200 9.8%+	ANACRON ABS 80/100 MALLAS	FLUJO DE H N YAIRE A 33 50 Y 215 ML/MIN	1.7 M X	PYREX	180°C	FLAMA ALKALINA NEGATIVA	BARBER-COL-	77
	QF-1 15.8%		3 MM DI	MAN MOD. 5320					78 79 80

	FASE ESTACIONARIA	SOORTE	GRAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	BIBLIO- GRAFIA
HEXAFLORO BENCENO Y SUS ISOMEROS	APIEZON L	CHROMOSORB P 80/80 MALLAS	NITROGENO 80 ML/MIN	1/8 IN	ACERO INOXIDABLE	145°C	AFINIDAD ELECTRONICA	WILKINS MOD. 600-C	81
				EXT X					82
									83
HEXAFLORO BENCENO (BHC)	GOMA SILICON G66E - 52 1.3% RESINA EPIKOTE 1001 0.15 %	CHROMOSORB G (DMCS TRATADO Y LAVADO) 80/100 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN	2FT X 1/4 IN OD	VIDRIO Y COBRE	160°C	CAPTURA ELECTRON		84
				2FT X 1/8 IN DI VIDRIO					85
-BHC	GOMA SILICON GE-SE -52 1.3% RESINA EPIKOTE 1001 0.15 % -APIEZON L 1.3% EPIKOTE 1001 2 % -SILICON GE-SE-600 1.3% EPIKOTE 1001 0.13 %	CHROMOSORB G 80/100 MALLAS -CHROMOSORB G 70/80 MALLAS -CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN	2FT X 1/8 IN DI	VIDRIO Y COBRE	180°C	CAPTURA ELECTRON		84
				2FT X 1/8 DI -2FT X 1/8 DI -2FT X 1/8 DI					85
-BHC	33	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN	2FT X 1/8 IN DI	VIDRIO	180°C	CAPTURA ELECTRON		84
				2FT X 1/8 DI -6FT X 1/8 IN DI					85
-BHC	33	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN	2FT X 1/8 IN DI	VIDRIO	180°C	CAPTURA ELECTRON		84
				2FT X 1/8 IN DI -6FT X 1/8 IN DI					85
HEXAFLORO	SE-3 2.5 QF-1 1.0% XE-6 1.5 TODO + ERIKOTE 0.01 %	CHROMOSORB G AW-DMCS 80/100 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN	5FT X	ACERO INOXIDABLE Y VIDRIO	185°C	CAPTURA ELECTRON	AEROGRAPH MOD. 1520	22
				1/8 IN DI					86

COMPUESTO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO DE VALV. GRUPO (CAPCOLUMNA)	BIBLIO- GRAFIA
HEPTACLORO	DC-200 10%	DIATOPRT S 80/100 MALLAS	ARGON 95% METANO 5% FLUJO TOTAL 70 ML /MIN	1.2 X 4MM ID	VIDRIO DE BOROSILICATO	190°C	CAPTURA ELECTRON	F&M MODELO 810	87
HEPTACLORO	GOMA SILICON GE- SE-52 1.3% RESINA EPIKOTE 1001 0.15% -APIEZON L 1.3% EPI- KOTE 1001 2% -SILI- CON GE-XE-80 1.3% EPI- COTE 1001 0.13%	CHROMOSOR W 80/100 MALLAS CHROMOSOR W 80/100 MALLAS CHROMOSOR G 70/80 MALLAS	NITROGENO 100ML / MIN	2 FT X 1/8 IN ID 2 FT X ID -8 FT 1/8 IN ID	VIDRIO	180°C 190°C 200°C	CAPTURA ELECTRON		88
HEPTACLORO EPOXIDO	MEZCLA SE-30 2.5% QF-1 1.0% XE-80 1.5% TODO + EPIKOTE 1001 .01%	CHROMOSOR AW-DMCS 80/100 MALLAS	FLUJO NITROGENO	5 FT X 1/8 IN ID	ACERO INOXI- DABLE Y VIDRIO PY- REX	185°C	CAPTURA ELECTRON	AEROGRAPH MODELO 810	89
HEPTACLORO EPOXIDO	DC-200 10%	DIATOPORT S 80/100 MALLAS	ARGON 95% METANO 5% FLUJO TOTAL 70 ML/MIN	1.2 MM 4 MM ID	VIDRIO DE BOROSILICATO	190°C	CAPTURA ELECTRON	F&M MODELO 810	90
HEPTACLORO EPOXIDO	GOMA SILICON GE-SE -52 1.3% RESINA EPIKOTE 1001 0.15% SILICON GE-XE-80 1.3% EPIKOTE 1001 0.13%	CHROMOSOR W 80/100 MALLAS CHROMOSOR W 80/100 MALLAS CHROMOSOR G 70/80 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN	2 FT X 1/8 IN ID 2 FT X 1/8 IN ID 6 FT X 1/8 IN ID	VIDRIO- COBRE VIDRIO VIDRIO	160°C 190°C 200°C	CAPTURA ELECTRON		91
LINURON	E-301 5% (METIL SILICON)	GAS-CHROMOSOR Q 60-80 MALLAS	FLUJO NITRO- GENO Y OXI- GENO LIBRE 5 ML /MIN	3.5 MM ID X 15 M	ACERO INO- XIDABLE	150°C	CAPTURA ELECTRON	VARIAN AERO GRAPH MOD. 1520	92

INSTRUMENTO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARPEADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	BIBLIOGRAFIA
LINDANO	MEZCLA SE-30 2.5% QF-1 1.0% XE-60 1.5% TODO +EPIKOTE 1001.01%	CHROMOSORB G AW-DMCS 80/100 MALLAS	FLUJO NITRO GENO 40/80 ML/MIN	5Ft X 1/8 IN DI	ACERO INOXIDABLE Y VIDRIO P YREX	185°C	CAPTURA ELECTRON	AEROGRAPH MOD. 1520	93
METIL PARATION	APIEZON L 3%, 5%	GAS-CHROMOSORB Ø 80/100 MALLAS	IGUAL FLU- JO DE NITRO- GENO HIDROGE NO Y AIRE	2Ft X 4MM DI	VIDRIO FORMA DE U	240°C	FLAMA DE HIDROGENO PUEDE SER CAMBIADA	HEWLETT-PA CKARD MOD. 402	94 95 96
METIL PARATION	APIEZON L 5% DEGS 14%	CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 40 21 Y 300 ML/MIN	2Ft X 4MM DI 2Ft X 4MM DI	VIDRIO	170°C 180°C 200°C 170°C 180°C 200°C	FLAMA DE HIDROGENO	HEWLETT-PA - CKARD MOD 402	97 98
METIL PARATION	APIEZON L Y EPIKO TE 1001	CHROMOSORB G 80/100 MALLAS		1.5M X 5MM DO	VIDRIO	180°C Y 180°C	FOSFORO	VARIAN AERO GRAPH MOD 205-B	99
MALATION	GOMA SILICON GE-SE- 52 13% RESINA EPIKOTE 1001 0.15% APIEZON L 1-3% Y EPIKO TE 1001 2% SILICON GE-XE-80 13% EPIKOTE 1001 13%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB W 80/100 MALLAS CHROMOSORB G 70/80 MALLAS	NITROGENO 100 ML/MIN	2Ft X 1/8 IN DI 2Ft X 1/8 IN DI 8Ft X 1/8 IN DI	VIDRIO	180°C 190°C 200°C	CAPTURA ELECTRON		100
METIL PAROXON	APIEZON L 5% DEGS 14%	CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS. CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS	N ₂ H ₂ Y AIRE A 40 21 Y 300 ML/MIN	2Ft X 4MM 2Ft X 4MM	VIDRIO	170°C 180°C 200°C 170°C 190°C 200°C	FLAMA DE HIDROGE- NO	HEWLETT-PA - CKARD MOD 402	98 101

MUESTRO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	GRAFIA
METABROMURON	E-301 5% (METIL SILICON)	GAS-CHROMOSORB Q 60/80 MALLAS	FLUJO DE NITROGENO Y OXIGENO LIBRE 50 ML/MIN	3.5 MM DI X 1.5 M	ACERO INOXIDABLE	150°C	CAPTURA ELECTRON	VARIAN AERO- GRAPH MOD 1520	102
NEBURON	E-301 5% (METIL SILICON)	GAS-CHROMOSORB Q 80/80 MALLAS	FLUJO DE OXIGENO LIBRE Y NITROGENO 50 ML/MIN	1.5 M X 3.5 MM DI	ACERO INOXIDABLE	150°C	CAPTURA ELECTRON	VARIAN AERO- GRAPH MOD 1520	103
DICARBOXIMIDA N-OCTIL BICICLO- HEPTANO (NOBD)	SE-30 SILICON 3%, 5%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 25,25 Y 200 ML/MIN	1/8 IN DI X 5 FT	ESPIRAL DE VIDRIO DE BOROSILICA- TO	190°C	IONIZACION DE FLAMA	VARIAN AERO- GRAPH AUTO PREPARADO MOD. 705	104
PARATION	APIEZON L 3% Y 12%	GAS-CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS	IGUAL FLUJO DE NITROGENO HIDROGENO Y AIRE	2 FT X 4 MM DI	VIDRIO FORMA DE U	240°C	FLAMA DE HIDROGENO PUEDE SER CAMBIADA	HEWLETT-PA CKARD MOD. 402	107
PARATION	APIEZON L 5% DEGS 14%	CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS	NITROGENO HIDROGENO Y AIRE A 40, 21 Y 300 ML/MIN	2 FT X 4 MM DI	VIDRIO	170°C 190°C 200°C	FLAMA DE HIDROGENO	HEWLETT-PA CKARD MOD. 402	109
PARATION	APIEZON L Y EPIKOTE 1001	CHROMOSORB G 80/100 MALLAS		1.5 M X 5 MM DO	VIDRIO	185°C Y 190°C	FOSFORO	VARIAN AERO- GRAPH MOD. 205-B	111
									112
									113

COMPONENTO	FASE ESTACIONARIA	SOPORTE	GAS ACARREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	BIBLIOGRAFIA
PARATION	GOMA SILICON GE-SE-52 1.3% RESINA EPIKOTE 1001 0.4 5%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO	2 Ft X 1/8 IN DI	VIDRIO	180°C 190°C	CAPTURA		114
	APIEZON L 13 EPIKOTE 1001 2%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	100 ML/MIN	2 Ft X 1/8 IN DI		200°C	ELECTRON		115
	SILICON GE-XE-80 1.3% EPIKOTE 1001 1.3%	CHROMOSORB G 70/80 MALLAS		8 Ft X 1/8 IN DI					116
PIRETRINAS	SE-30 SILICON 3%, 5%	CHROMOSORB W 80/100 MALLAS	NITROGENO	5 Ft X 1/8 IN DI	ESPIRAL DE VIDRIO DE BOROSILICATO	190°C	IONIZACION DE FLAMA	VARIAN AERO	117
			HIDROGENO					GRAPH MOD	118
			Y AIRE A 25 25 Y 200 ML/MIN					1200	119
n PROPIL PARATION	APIEZON L 5% DEGS 1.4%	CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS	NITROGENO	2 Ft X 4 MM DI	VIDRIO	170°C	FLAMA DE HIDROGENO	HEWLETT-PA-	120
			HIDROGENO			190°C		CKARD MOD.	
			Y AIRE A 40 21 Y 300 ML/MIN			200°C		402	
n BUTIL PARAOXON	APIEZON L 5% DEGS 1.4%	CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS	NITROGENO	2 Ft X 4 MM DI	VIDRIO	170°C	FLAMA DE HIDROGENO	HEWLETT-PA-	121
			HIDROGENO			190°C		CKARD MOD.	
			Y AIRE A 40 21 Y 300 ML/MIN			200°C		402	
n BUTIL PARATION	APIEZON L 5% DEGS 1.4%	CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS	NITROGENO	2 Ft X 4 MM DI	VIDRIO	170°C	FLAMA DE HIDROGENO	HEWLETT-PA-	120
			HIDROGENO			190°C		CKARD MOD.	
			Y AIRE A 40 21 Y 300 ML/MIN			200°C		402	
PARAOXON	APIEZON L 5% DEGS 1.4%	CHROMOSORB Q 80/100 MALLAS	NITROGENO	2 Ft X 4 MM DI	VIDRIO	170°C	FLAMA DE HIDROGENO	HEWLETT-PA-	120
			HIDROGENO			190°C		CKARD MOD.	
			Y AIRE A 40 21 Y 300 ML/MIN			200°C		402	

MUESTRO	FASE ESTACIONARIA	SUPOORTE	GAS ACAPREADOR	LONGITUD COLUMNA	MATERIAL COLUMNA	TEMP. COLUMNA	DETECTOR	TIPO CROMATO GRAFO (OPCIONAL)	BIBLIO- GRAFIA
PICLORAM (SUELOS)	OV-17 1.5%+	CHROMOSORB W	FLUJO	1.8 M X	PYREX	155°C	NI-63	MICRO-TEK	122
	OF-1 1.95%	HP 100/120 MALLAS	NITROGENO 45 ML/MIN	4 MM DI				MOD MT-220	123 124
PICLORAM-BSTFA BIS(TRIMETILSYLIL) TRIFLUORACETAMI- DA	OV-17	CHROMOSORB W HP 100/120 MALLAS	FLUJO NITROGENO 80 ML/MIN	2 M X 4 MM DI	PYREX	220°C	IONIZACION DE FLAMA	MICRO-TEK MOD MT-220	125
THIOMETON	APIEZON L Y	CHROMOSORB G		1.5 M X	VIDRIO	165°C	FOSFORO	VARIAN AERO	126
	EPIKOTE 1001	80/100 MALLAS		5 MM DO		190°C		GRAPH MOD 205-B	
THONAZIN	APIEZON L Y	CHROMOSORB G		1.5 M X	VIDRIO	165°C	FOSFORO	VARIAN AERO	127
	EPIKOTE 1001	80/100 MALLAS		5 MM DO		190°C		GRAPH MOD 205-B	

NOTACIONES:

IN¹ = Pulgadas

ID =DI= Diametro interno

FT =Ft = pies

M = Metros

CM = Centimetros

ML = Mililitros

MIN= Minutos

DO = Diametro Externo

MOD.= Modelo

MM = Milimetros

H₂ = Hidrogeno

N₂ = Nitrogeno

" = Igual a las condiciones del cuadro
de arriba.

DISCUSION Y CONCLUSIONES

La Cromatografía de gas, tal como su nombre lo indica, es particularmente adecuada para la separación de gases y líquidos volátiles ó sólidos en estado gaseoso.

Las diferencias de adsorción ó partición de el material en la columna es siempre el factor que hará las separaciones posibles.

Como podemos observar en las tablas, existen algunos pesticidas los cuales se pueden analizar por varios métodos, en los cuales básicamente cambia el gas acarreador y el tipo de detector, pues esto es debido a que la naturaleza de la muestra es diferente. Hidrogeno y Helio, por ejemplo, son particularmente adecuados para usarlos con un tipo de detector de conductividad térmica por que ambos gases poseen una conductividad térmica elevada y por tanto, permite una respuesta rápida para el detector.

Respecto a la introducción de la muestra, la cantidad inyectada al cromatógrafo de gases dependerá de la naturaleza de la muestra, del tamaño de la columna y del tipo de detector, pero generalmente las cantidades usadas son muy pequeñas en cromatografía de gases. Son rangos de 1--40 ul. para gases y líquidos y de fracciones de miligramo para muestras sólidas.

Las columnas son hechas de una variedad de materiales incluyendo vidrio, plástico y metales tales como cobre, Niquel y Acero Inoxidable. Los tubos de vidrio son baratos e inertes pero son muy frágiles y difíciles de enrollar. Los tubos de plástico hechos de Polietileno ó Nylon son fácilmente enrollados y desenrollados pero atienden a disolverse con los líquidos orgánicos al soporte en el interior de la columna a temperaturas elevadas.

Las columnas de metal, porque son inertes y fuertes y poseen además buenas propiedades térmicas, son generalmente preferidas, pero son más costosas.

Para la mayoría de los análisis, las columnas de 5—15 pies de longitud y 2—10 mm de diámetro son las seleccionadas. Para la cromatografía de gas (capilar) los tubos usados son de 10—1000 pies de longitud y de 0.1—1.0 mm de diámetro.

Las temperaturas que aparecen en cada análisis se deben de respetar al realizar éste porque una variación de estas nos produce una alteración en la lectura. En los detectores de temperatura de Flama, por ejemplo, la mezcla de gases acarreadores (Nitrogeno e Hidrogeno) son quemados para dar una flama fina la cuál choca sobre un termocople (par-térmico) en un tubo de Sílice.

El calor de combustión de los compuestos orgánicos pasando a través de el detector causan un incremento en la temperatura de la flama, y por tanto en la e.m.f. generada por el par-térmico. El incremento en e.m.f. es detectado por un método potenciométrico y da una medida de la cantidad de cada compuesto pasando a través del detector. Como vemos, aquí nos explicamos el porque del control de la temperatura, y para cada tipo de detector existen " al beradores" que nos modifican nuestras nuestras lecturas - finales si no mantenemos nuestras temperaturas de trabajo.

La temperatura de la columna debe ser lo su ficientemente alta para que el análisis se obtenga en un lapso razonable y suficientemente baja para obtener en los picos la separación deseada, como vimos anteriormente. Se encontró, de acuerdo a una aproximación, que para cada - 30 C de disminución en la temperatura, el tiempo de reten ción se duplica (para muestras de alto punto de ebullición se puede emplear un programador de temperaturas). Es decir, que si la temperatura es muy alta pues todos los compuestos pasaran muy rápidamente y la separación de los picos se- r é poco clara.

Ordinariamente, largas columnas (7—10 m) con un alto peso de material revestido (20-30%) son usados en - cromatografía de gases. En este estudio se encontró, sin embargo, que las buenas separaciones de las sustancias - se obtuvieron con columnas cortas (3m) y bajo peso ó car- ga

ga (5—10 %) en mucho menor tiempo. Esto tambien permiti6 la aplicaci6n de este m6todo de purificaci6n para algunas drogas de alto peso molecular. Otra dificultad encontrada con la columna de gran peso 6 carga fu6 la contaminaci6n de la misma con materiales extra6os en el extracto. En algunos casos el instrumento tuvo que correr a temperaturas elevadas por 6-8 hs. antes de que la columna fuera preparada para otra inyecci6n . Esto no ocurre con las columnas cortas y menos cargadas. Adem6s, la contaminaci6n de los materiales recogidos con grasa silic6n ocurri6 menos seguido con columnas de bajo peso o carga.

El procedimiento de capa fina capaz de hacer detecciones por abajo de μg puede ser aplicado para aguas conteniendo 0.001 ppm de pesticida, en tanto que el procedimiento mas sensitivo en cromatograf6a de gases ser6 usado para medir niveles a un factor de 10 6 mas baja.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Asesoría Técnica de Merck-México
(Folleto)
Junio 13, 1973
- Folleto de Merck- México.
- 2.- Químico Carlos Romo Medrano
Comunicación Personal
- 3.- Poland M. Whittaker
General Chemistry
Primera Edición 1966
Chemical Publishing Co. Inc. New York
- 4.- APMA-AWWA-WPCF
Agua y Aguas de desecho
Undécima Edición, 1963
Editorial Interamericana S.A.
- 5.- Hobart H. Willard
Lynne L. Merritt, Jr.
John A. Dean
Método Instrumental de Análisis
Cuarta Edición(en inglés) Abril 1971
Compañía Editorial Continental S.A.
- 6.- G.P. Ellis
Química Orgánica
Primera Edición, 1969
Editorial Limusa-Wiley S.A.
- 7.- Dr. Luis Elías *
Química de los insecticidas
Segunda Edición, 1961
Editorial Aguilar

- 8.- David Abbott And R.C. Andrews
An Introduction to Chromatography
Segunda Edición 1965
Ed. Longmans
- 9.- Diccionario Enciclopédico
U T E H A
- 10.- Gunther, F.A. y Jeppson, L.R.
Insecticidas Modernos y La Producción Mundial
de Alimentos.
(1969)
Editorial Continental S.A.
- 11.- Instituto Mexicano Ingenieros Quimicos
Revista I M I Q Abril 1966 Num. 4 Vol. VII
- 12.- Instituto Mexicano Ingenieros Quimicos
Revista I M I Q Mayo 1966 Num. 5 Vol. VII
- 13.- Instituto Mexicano Ingenieros Quimicos
Revista I M I Q Nov. 1967 Num.11 Vol. VIII
- 14.- Instituto Mexicano Ingenieros Quimicos
Revista I M I Q Dic. 1967 Num. 12 Vol. VIII
- 15.- D. EPPERLE, D. NAUMANN AND A. WUTENICH
Journal of Chromatography 45 351-361 (1969)
- 16.- D.M. COULSON
Journal Agricultural Food Chemistry 8 399 (1960)
- 17.- P.J. COOPER, R.E.S. ANDREWS AND P.W. HANCOCK
Analyst 92 493-495 August 1967
- 18.- Koidu NIKEN
Analyst 93 39-41 January 1968

- 19.- P.J. COOPER, D.M. HAMMOND AND R.P.S. ANDREWS
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 20.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 21.- R. GOULDEN, E.S. GOODWIN AND L. DAVIES
Analyst 88 941 (1963)
- 22.- P.J. COOPER, R.P.S. ANDREWS AND D.W. HAMMOND
Analyst 92 493-495 August 1967
- 23.- BENGT AHLING AND SOREN JENSEN
Analytical Chemistry 42 1483-1486 Nov. 1970
- 24.- K.A. BANKS AND E.D. BILLS
Journal of Chromatography 33 450-455 (1968)
- 25.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 26.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 27.- P.J. COOPER, D.M. HAMMOND AND R.P.S. ANDREWS
Analyst 92 493-495 August 1967
- 28.- G. CZEGLERI-JANKO AND CSELESZEV
Analyst 93 445-452 July 1968
- 29.- A.S. HYMAN
Journal of Chromatography 45 132-134 (1969)
- 30.- A.S. HYMAN
Journal of Chromatography 45 132-134 (1969)
- 31.- E.W. ROBE AND J.L. WESTBROOK
Analytical Chemistry 35 1844 (1963)
- 32.- C.E. MCKONE
Journal of Chromatography 44 60-65 (1969)

- 33.- B.ROCK, W. BERNDT AND S.GONBACH
Analytical Chemistry 199 125 (1961)
- 34.- A. BEVENUE AND Y. KANALO AND S.FELINO
Journal of Chromatography 50 49-56 (1970)
- 35.- B.J. GUDZINOWICZ
Analytical Chemistry 37 1068 (1965)
- 36.- H.HECKMAN AND P. SERZENKOFFER
Journal Gas Chromatography 8 21 (1963)
- 37.- ARTHUR BEVENUE AND JAMES N. OGATA
Journal of Chromatography 46 110-111 (1970)
- 38.- I.C. COHEN, J. KOSOUR, E.H.A. PUZICKA AND F.B. WHEALS
Journal of Chromatography 49 215-221 (1970)
- 39.- C.A. BACHUS, L.R. ST. JOHN AND D.J. LISK
Analytical Chemistry 40 1241 (1968)
- 40.- R.J. HARRIS AND R.J. WHITEOAK
Analyst 37 294-299 April 1972
- 41.- KAZUJI ISHIKAWA, ROYURO SHIMOHARA AND IATSUBUKI
Agricultural biological Chemistry 35 1161-1165 1971
- 42.- EDWINCE FISHER AND WALTER S. FISHBEIN JR
Journal of Chromatography 27 255-258 (1967)
- 43.- C.E. Mc KONE
Journal of Chromatography 44 60-66 (1969)
- 44.- J.H. SIMMONS AND J.G. LUTTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 45.- D.J. SIMONS, G.M. TRIMING AND G. HANST
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 46.- K.A. BANKS AND D.E. BILLO
Journal of Chromatography 33 450-455 (1968)

- 47.- M. BELJEC AND M.C. BOWMAN
Analytical Chemistry 37 231 (1965)
- 48.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 49.- D.L. GEANT, C.P. SHEPWOOD AND K.A. McCONNELLY
Journal of Chromatography 44 67-74 (1969)
- 50.- G.E. MENDOZA, K.A. McCONNELLY AND P.J. WALES
Analytical Chemistry 40 2225 (1968)
- 51.- G.E. MENDOZA, P.J. WALES, H.A. McINOD AND McKINLEY
Analyst 93 34 (1968)
- 52.- K.A. BANKS AND D.D. BILLS
Journal of Chromatography 33 450-455 (1968)
- 53.- B.J. SIBSONS, G.M. TELLING AND D. USHER
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 54.- N.F. WOOD
Analyst 94 398-405 may 1969
- 55.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 56.- B.J. SIBSONS, G.M. TELLING AND D. USHER
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 57.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 58.- A.J. HENDERSON, J.G. DEBOER AND H.M. STAHP
Analytical Chemistry 43 447-447 March 1971
- 59.- K.A. BANK AND D.D. BILLS
Journal of Chromatography 33 450-455 (1968)

- 60.- D.J. SIMMONS, G.M. TELLING AND D. FISHER
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 61.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 62.- D.J. SIMMONS, G.M. TELLING AND D. FISHER
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 63.- FOIDU NOREN
Analyst 93 39-41 January 1968
- 64.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 65.- H.B. PIONKE, G. CHESTERS AND D.E. ARMSTRONG
Analyst 94 900-903 October 1969
- 66.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 67.- I.C. COHEN, J. NORCUP, J.H.A. RUZICKA AND B.B. WHEALS
Journal of Chromatography 44 251-255 (1969)
- 68.- A.T. SHULGIN
Analytical Chemistry 36 920 (1964)
- 69.- R.J. ARGAUR
Analytical Chemistry 40 122 (1968)
- 70.- J.H. RUZICKA, J. THOMSON AND B.B. WHEALS
Journal of Chromatography 31 37-47 (1967)
- 71.- D.C. ABBOTT, A.E. RUSFIDGE, J. THOMSON AND K.S. WERE
Analyst 92 170 (1967)
- 72.- J. RUZICKA, J. THOMSON AND B.B. WHEALS
Journal of Chromatography 30 92-99 (1967)
- 73.- J.A.R. BATES
Analyst 90 453 (1965)

- 74.- A.J. McDERMACK, B.F.C. LONG AND W.D. COOKE
Analytical Chemistry 37 1470 (1965)
- 75.- J.OG. TANTON AND F.J. WAGSTAFFE
Journal of Chromatography 44 284-289 (1969)
- 76.- A.V. HOLDEN AND G.A. WHEATLEY
J. Gas-Chromatography 5 373 (1967)
- 77.- STANISLAV LAKOFA AND WALTER A. AUE
Journal of Chromatography 44 472-480 (1969)
- 78.- A. KARMEN
Analytical Chemistry 36 1416 (1964)
- 79.- W.A. AUE, C.W. GEHRKE, R.C. TINDLE, D.L. STALLING
J. Gas-Chromatography 5 381 (1967)
- 80.- S.J. HENDERSON, J.G. DEBOER AND H.M. STAHR
Analytical Chemistry 43 445-447 (1971)
- 81.- SAM PENNINGTON AND C.E. MELOAN
Journal of Chromatography 27 250-252 (1967)
- 82.- D.L. PETRICAN AND P. LANTZ
J. Gas-Chromatography 1 23 (1963)
- 83.- MITSUO ICHIDA
Agricultural Biological Chemistry 32 947-955 1968
- 84.- J.H. SIMMONS AND J. OG. TANTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 85.- BENGT AHLING AND SOREN JENSEN
Analytical Chemistry 42 1483-1486 Nov. 1970
- 86.- D.J. SIMMONS, G.M. TELLING AND C.D. USHER
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 87.- K.A. BANKS AND D.D. BILLS
Journal of Chromatography 33 450-455 (1968)

- 88.- J.OG. TATTON AND J.H. SIMMONS
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 89.- C.D. USHER, D.J. SIMMONS AND G.M. TELLING
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 90.- D.D. BILLS AND K.A. BANKS
Journal of Chromatography 33 450-455 (1968)
- 91.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)
- 92.- C.E. Mc KONE
Journal of Chromatography 44 60-66 (1969)
- 93.- D.J. SIMMONS, G.M. TELLING AND D. USHER
Journal of Chromatography 33 435-449 (1968)
- 94.- P.S. JAGLAN AND F.A. GUNTHER
Journal of Chromatography 50 520-522 (1970)
- 95.- F.A. GUNTHER AND P.S. JAGLAN
Journal of Chromatography 46 108 (1970)
- 96.- P.S. JAGLAN, R.B. MARCH AND F.A. GUNTHER
Analytical Chemistry 41 1671 (1969)
- 97.- P.S. JAGLAN AND F.A. GUNTHER
Journal of Chromatography 46 79-84 (1970)
- 98.- J.S. LEWIS, H.W. PARTON AND W.I. FAYE
Analytical Chemistry 28 9370 (1956)
- 99.- J.H. RUZICHA, J. THOMSON AND B.R. WHEALS
Journal of Chromatography 31 37-47 (1967)
- 100.- J.H. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-255 (1967)

- 101.- P.S. JAGLAN AND F.A. GUNTHER
Journal of Chromatography 46 79-84 (1970)
- 102.- C.E. Mc KONE
Journal of Chromatography 44 60-66 (1969)
- 103.- F.A. GUNTHER AND P.S. JAGLAN
Journal of Chromatography 44 60-66 (1969)
- 104.- A. BEVENUE AND Y. KAWANO
Journal of Chromatography 50 49-58 (1970)
- 105.- B.J. GUDIMONICZ
Analytical Chemistry 37 1068 (1965)
- 106.- H. BECKMAN, P.T. ALLEN AND P. BERKENKOTTER
J. Gas-Chromatography 8 21 (1963)
- 107.- F.A. GUNTHER AND P.S. JAGLAN
Journal of Chromatography 50 520-522 (1970)
- 108.- J. ASKEW, J.H. RUCICKA AND B.B. WHEALS
Analyst 94 275-283 April 1969
- 109.- P.S. JAGLAN AND F.A. GUNTHER
Journal of Chromatography 46 79-84 (1970)
- 110.- C.E. COOK, C.W. STANLEY AND BARNEY
Analytical Chemistry 36 2354 1964
- 111.- J.H. RUCICKA, J. THOMSON AND B.B. WHEALS
Journal of Chromatography 21 37-47 (1967)
- 112.- SALIMAN P.M.
Analytical Chemistry 36 112 (1964)
- 113.- G.S. BLODY, AND J.F. QUANTY
J. Gas-Chromatography 42 1966

- 114.- J.W. SIMMONS AND J.OG. TATTON
Journal of Chromatography 27 253-265 (1967)
- 115.- A.F. MACHIN AND C.R. MORRIS
Analyst 57 289-293 April 1972
- 116.- MALCOLM C. BOWMAN AND MORTON BERCOZA
Analytical Chemistry 40 1448-1452 (1968)
- 117.- Y. KAWANO AND A. BEVENUE
Journal of Chromatography 50 49-58 (1970)
- 118.- IZUMU YAMAMOTO AND JOHN E. CASIDA
Agricultural biological Chemistry 32 1382-1391 (1968)
- 119.- NAOMICHI BEBA, AKIHO NAGAYASHI AND MINORU
Agricultural biological Chemistry 34 343-348 (1970)
- 120.- P.S. JAGLAN AND F.A. GUNTHER
Journal of Chromatography 46 79-84 (1970)
- 121.- F.A. GUNTHER AND P.S. JAGLAN
Journal of Chromatography 46 79-84 (1970)
- 122.- ROBERT F. MOSEMAN AND WALTER A. AUE
Journal of Chromatography 49 432-441 (1970)
- 123.- J.S. LEAHY AND T.A. TAYLOR
Analyst 92 371 (1967)
- 124.- R.C. HALL, C.R. GIAM AND M.G. MERKLE
Analytical Chemistry 42 423- (1970)
- 125.- WALTER A. AUE AND ROBERT F. MOSEMAN
Journal of Chromatography 49 432-441 (1970)
- 126.- J.H. FURICHA, J. THOMSON AND B.B. WHITNIS
Journal of Chromatography 31 37-47 (1967)
- 127.- J. Thomson, B.B. WHITNIS AND J.H. FURICHA
Journal of Chromatography 31 37-47 (1967)

- 128.- YOSHINORI SOEDA AND IZURU YAMAMOTO
Agr. Biol. Chem. 32 568-573 October 1968
- 129.- C.A. CLEMONS AND A.P. ALTSHULLER
Analytical Chemistry 38 133-136 January 1966
- ~~130.~~- MORTON BEROZA AND MALCOLM C. BOWMAN
Analytical Chemistry 38 837-841 June 1966