

INSTITUTO «LOPEZ-NEYRA» DE PARASITOLOGIA
DEPARTAMENTO DE BIOQUIMICA

ANALISIS DE PESTICIDAS ORGANOCORADOS
POR CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA

por

AUGUSTIN, C.; SÁNCHEZ-MORENO, M.; MONTEOLIVA, M.

RESUMEN

Se estudia la cromatografía en capa fina en su aplicación a los residuos de pesticidas clorados. De todos los sistemas ensayados el que mejor resultado nos ha dado es el formado por la fase fija silicagel-G y fase móvil éter de petróleo/parafina líquida (80/20) usando nitrato de plata amoniacal como revelador.

SUMMARY

A study on the separation of different pesticides chlorinated by thin-layer chromatography, has been made. From all the systems used, the best results have been obtained by the stationary phase Silicagel-G, and as mobile phase, petroleum ether/liquid paraffin (80/20), using ammoniacal silver nitrate as a detector reagent.

RESUME

On a réalisé une étude par chromatographie en couche mince sur la séparation de différents pesticides chlorés. De tous les systèmes employés, le meilleur résultat est obtenu pour celui de la phase fixe Silicagel-G et comme Phase mobile, l'éther de pétrole/paraffine liquide (80/20), utilisant nitrate d'argent ammoniacal comme revelateur.

INTRODUCCION

En 1963, Kovacs (1) aplica la cromatografía en capa fina a la detección de pesticidas organoclorados en alimentos. Posterior-

mente otros autores (2) (3) (4) utilizan la técnica modificándola por introducción de diferentes adsorbentes, fases móviles y reactivos de revelado. Algunos de los procedimientos descritos han sido ensayados por nosotros, comparativamente, para encontrar el sistema más idóneo de separación de los pesticidas organoclorados más frecuentes en la provincia de Granada.

MATERIAL Y METODOS

Se ha utilizado un equipo de cromatografía en capa fina, tipo Desaga. Los absorbentes empleados han sido óxido de aluminio G y silicagel G, ambos de la casa Merck, y la preparación de las placas según Randerath (5).

Las soluciones de los pesticidas patrones (aldrin, TDE, DDE, DT, dieldrin, heptacloro y lindano) se hicieron en n-hexano a concentraciones de un mg/ml y de estas soluciones se hacía la dilución conveniente para las experiencias. Como reveladores se empleó el nitrato de plata amoniacal (1) y el nitrato de plata/azul de bromofenol (6).

RESULTADOS

Los resultados se expresan en las tablas siguientes:

T A B L A I

RF ($\times 100$) DE LOS DISTINTOS PESTICIDAS ENSAYADOS, SEGUN LAS FASES FIJAS

MEDIØ DE 10 ENSAYOS)

Condiciones		$R_f \times 100$						
Fase móvil	Fase fija	Aldr.	TDE	DDE	DDT	Diel.	Hept.	Lind.
Xileno	Silicagel-G	92,96	95,23	92,54	92,71	55,50	90,98	83,55
	Oxido aluminio-G	88,36	85,21	91,50	90,22	61,01	90,67	78,99
Eter petróleo parafina (80/20)	Silicagel-G	60,05	15,64	53,21	39,36	4,16	41,12	12,78
	Oxido aluminio-G	68,69	17,85	56,93	42,83	8,77	53,63	19,57
Hexano acetona (60/40)	Silicagel-G	90,21	83,63	89,45	86,48	93,08	96,49	91,39
	Oxido aluminio-G	96,47	91,31	94,31	92,89	93,15	96,84	94,77

TABLA II

LIMITES DE DETECCION DE LOS PESTICIDAS ENSAYADOS Y SEGUN LAS CONDICIONES UTILIZADAS
(EXPRESADO EN NANOGRAMOS)

Revelador	CONDICIONES		PESTICIDA						
	Fase móvil	Fase fija	Aldr.	TDE	DDE	DDT	Dield.	Hept.	Lind.
Nitrato de plata amoniacal	Xileno	Silicagel-G	50	50	200	50	50	50	50
		Oxido aluminio-G	400	100	200	200	200	100	200
	Eter petróleo/parafina líquida (80/20)	Silicagel-G	100	100	100	100	400	50	400
		Oxido aluminio-G	400	100	100	50	200	100	100
	Hexano/acetona (60/40)	Silicagel-G	300	200	200	200	250	250	750
		Oxido aluminio-G	200	200	200	200	300	200	200
Nitrato de plata/ azul de bromo- fenol	Xileno	Silicagel-G	1.000	1.000	1.000	200	1.000	1.000	1.000
		Oxido aluminio-G	750	750	750	750	750	750	750
	Eter petróleo/parafina líquida (80/20)	Silicagel-G	1.000	1.000	1.000	200	1.000	200	1.000
		Oxido aluminio-G	1.000	1.000	1.000	750	1.000	500	1.000
	Hexano/acetona (60/40)	Silicagel-G	1.000	1.000	1.000	200	200	1.000	1.000
		Oxido aluminio-G	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000

DISCUSION

Como se observa en la Tabla I el sistema que nos da mejores resultados para la separación de la mezcla de los pesticidas ensayados y por consiguiente para su identificación, es el constituido por la fase móvil éter de petróleo/parafina líquida (80/20), bien con silicagel-G como con óxido de aluminio G como fases fijas. Las otras dos fases móviles ensayadas acumulan los pesticidas próximos al frente del disolvente.

En cuanto a la sensibilidad de los dos reveladores utilizados frente a los pesticidas ensayados, en términos generales el nitrato de plata amoniaco se revela como más sensible que la fórmula nitrato de plata/azul de bromofenol, siendo el sistema de desarrollo, silicagel-G y xileno el que permite detectar menor cantidad de pesticida.

Durante el proceso de desarrollo de las placas, los pesticidas organoclorados ensayados, se difunden fácilmente por la masa del adsorbente en cualquiera de los sistemas utilizados por lo que la sensibilidad de los métodos de revelado usados es muy diferente si el revelado se hace con o sin desarrollo previo. Si el revelado se hace sin desarrollar la placa la sensibilidad es del orden de 5 a 10 veces mayor.

AGRADECIMIENTO

Este trabajo ha sido subvencionado por la Comisión Asesora de Investigación Científica y Técnica.

BIBLIOGRAFIA

- 1.—KOVACS, M. F. (1963): *J. A. O. A. C.*, 46, 884.
- 2.—NARAYANASWAMI, K.; MOITRA, B.; KOTANGLE, R. S.; BAMI, H. L. (1974): *J. Chromatogr.*, 95, 181-188.
- 3.—ANTOINE, O.; VAN HIEL, K.; MEES, G. (1977): *Ann. med. vet.*, 121, 43-54.
- 4.—ADAMOVIC, V. M. (1966): *J. Chromatogr.*, 23, 274-279.
- 5.—RANDERATH, K. (1969): *Cromatografía de capa fina*. Editorial Urmo, S. A. Bilbao.
- 6.—ABBOTT, D. C.; EGAN, H.; THOMPSON, J. (1964): *J. Chromatogr.*, 16, 481.