

ANEXO 2

“MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE COPs”



ANEXO 2: MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE COPs

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE ALDRÍN/DIELDRÍN EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Sangre (Dieldrín)	Extracción con hexano.	GC/ECD	1 ng/ml	100%	MacCuaig, 1976
Sangre o suero	Extracción con hexano. Concentrar a 0.5 ml en hexano. Dilución si es necesaria.	GC/ECD HERL Método 004	NR	NR	EMMI, 1997
Suero (Dieldrín)	Denaturalizar con metanol, mezclar la extracción con solvente hexano/etiléter, eluir desde sílica gel activado.	GC/ECD	NR	70-75%	Burse et al., 1983
Tejido adiposo	Las muestras son extraídas usando éter de petróleo y acetonitrilo. Filtrar a través de cloruro de sodio. Concentrar a 5 ml en éter de petróleo.	GC/ECD HERL Método 001	NR	NR	EMMI, 1997
Tejido y leche humana	Las muestras son extraídas usando acetonitrilo y reconcentradas usando hexano.	GC/ECD HERL Método 003	NR	NR	EMMI, 1997
Leche (Aldrín y Dieldrín)	Homogeneizar la muestra de leche, extracción de grasa. "clean-up" con Florisil, elución con hexano y acetonitrilo.	GC/ECD	NR	NR	Stacey & Tatum, 1985
Leche	Homogeneizar la leche. Extracción de multiresiduos a través de microcartridge. Elución con hexano y metanol.	GC/ECD	NR	Aldrín 99% Dieldrín 70%	Barcarolo et al., 1988
Alimentos	Las muestras son extraídas usando cianuro de metilo. Los residuos son concentrados en éter de petróleo y purificados en Florisil.	GC/ECD AOAC Método 970.52	NR	80%	Helrich, 1990
Alimentos grasos	Las muestras son extraídas usando éter de petróleo y acetonitrilo. "Clean-up" con Florisil.	GC/ECD FDA Método 211.1	NR	NR	EMMI, 1997

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Alimentos no grasos	Muestras extraídas con acetonitrilo o agua-acetonitrilo. Los residuos son transferidos a éter de petróleo.	GC/ECD FDA Método 212.1	NR	NR	EMMI, 1997
Pez	Las muestras de pez matizadas, son extraídas usando éter de petróleo y acetonitrilo. La concentración y "clean-up" de los extruidos se realiza usando columna de alúmina o sílica.	GC/ECD USGS Método 09104	NR	NR	EMMI, 1997
Fecas (9-hidrox-Dieldrín)	Fecas homogeneizadas y extraídas con acetona, luego hexano. "Clean-up" con Florisil. Eluir con acetona y hexano.	GC/ECD GC/MS	NR	NR	Richardson & Robinson, 1971
Orina (metabolitos urinarios de Aldrín y Dieldrín)	Mezcla de orina con etiléter y éter de petróleo. Secado con sulfato anhidro, concentrado. "Clean-up" con Florisil. Elución con etiléter/éter de petróleo para remover Aldrín y etiléter/acetona para remover Dieldrín.	GC/ECD	NR	NR	Klein et al., 1968
Grasa, hígado, cerebro (Dieldrín)	Tejidos extraídos con solución hexano/ acetona. Grasas son particionadas entre hexano y dimetil formamido. "Clean-up" con Florisil. Elución con 10% de éter en hexano.	GC/ECD	0.5 ng	95%	Walker et al., 1969

AOAC = Association of Official Analytical Chemists;
 FDA = Food and Drug Administration;
 GC/ECD = gas chromatography/electron capture detector;
 GC/MS = gas chromatography/mass spectrometry;
 ng = nanogram;
 NR = not reported;
 USGS = U.S. Geological Survey

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE ALDRÍN/DIELDRÍN EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire (Aldrín)	Adsorción en Tenax ® -GC elución con acetona/escencia de petróleo.	GC/ECD	0.003 ppb	76-110%	Wallace & Sherren, 1986
Aire (Aldrín)	Recolección en filtros de fibra de vidrio. Extracción isooctano, en ampolla de vidrio.	GC/ECD NIOSH Método 5502	2.2 ppm	103%	NIOSH, 1984
Agua	Muestras extraídas con cloruro de metileno. El solvente se cambia a hexano antes del análisis en GC.	GC/ECD Método OSW 8080A	Aldrín 0.004ppb Dieldrín 0.002 ppb	Aldrín 81% Dieldrín90%	EPA 1986j
Agua	Muestras extraídas con cloruro de metileno, secadas y concentradas. Intercambio de solvente a hexano.	GC/MS	1 ppb para Aldrín y Dieldrín	Aldrín 83-96% en agua reactiva; 94% en agua de río Dieldrín 97-103% en agua reactiva; 90% en agua de río.	Alford-Stephens et al., 1986
Efluentes municipales e industriales	Muestras extraídas con cloruro de metileno. Calentar la solución a 80°C y añadir hexano. Concentrar.	GC/ECD APHA Método 6630C	Aldrín 0.004ppb Dieldrín 0.002ppb	Aldrín 100% Dieldrín 100%	Clesceri et al., 1998 ^a
Efluentes municipales e industriales	Muestras extraídas con cloruro de metileno a pH >11 y luego a pH <2. El extracto es secado, concentrado y analizado.	GC/MS APHA Método 6410B	Aldrín 1.9ppb Dieldrín 2.5ppb	Aldrín 1-166% Dieldrín 29-136%	Clesceri et al., 1998b
Suelo	Muestras extraídas con acetona. Intercambio de solvente a hexano, secado sobre sulfato de sodio; se añade acetona.	GC/MS	5 ng (Aldrín y Dieldrín)	Aldrín 76-102% Dieldrín 84-101%	Kobayashi et al., 1983
Suelo	Suelo mezclado con acetona, filtrado, secado, extraído con hexano.	GC/MS	5 ng	Aldrín 90% Dieldrín 94%	Kobayashi et al., 1983
Residuos sólidos, suelos y aguas subterráneas	La extracción de la muestra dependerá de la naturaleza de la matriz que es testada.	GC/MS OSW Método 8250A	Aldrín 1.9 ppb (agua) Dieldrín 2.5 ppb (agua)	Aldrín 0.1-166% Dieldrín 29-136%	OSW 1986b
Suelo/lodo	Muestras extraídas con hexano-acetona (1:1) o diclorometano-acetona (1:1). Si es necesario, se realiza un procedimiento de "clean-up" previo al análisis.	Columna capilar de perforación estrecha con ECD OSW Método 8081B	Aldrín 0.8 ppb (lodo) Dieldrín 0.49 ppb (lodo)	Aldrín 92% en lodo, 92% en arcilla Dieldrín 89% en lodo, 113% en arcilla	OSW 1986a

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Residuos sólidos, suelos y aguas subterráneas	La extracción de la muestra dependerá de la naturaleza de la matriz que es testeada.	GC/MS OSW Método 8250A	Aldrín 1.9 ppb (agua) Dieldrín 2.5 ppb (agua)	Aldrín 0.1-166% Dieldrín 29-136%	OSW 1986b
Suelo/lodo	Muestras extraídas con hexano-acetona (1:1) o diclorometano-acetona (1:1). Si es necesario, se realiza un procedimiento de "clean-up" previo al análisis.	Columna capilar de perforación estrecha con ECD OSW Método 8081B	Aldrín 0.8 ppb (lodo) Dieldrín 0.49 ppb (lodo)	Aldrín 92% en lodo, 92% en arcilla Dieldrín 89% en lodo, 113% en arcilla	OSW 1986a

APHA = American Public Health Association;

EPA = Environmental Protection Agency;

GC/ECD = gas chromatography/electron capture detector;

GC/MS = gas chromatography/mass spectrometry;

ng = nanogram;

NIOSH = National Institute for Occupational Safety and Health;

OSW = Office of Solid Waste

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE CLORDANO EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Sangre humana	Muestra mezclada con agua y extraída con acetona-hexano; extracto evaporado a secado; tratar con H ₂ SO ₄ /HNO ₃ a 0°C; el producto es mezclado con agua y sujeto a extracción cíclica de vapor con hexano; extracto reducido por fierro/ácido acético y concentrado.	GC-ECD	Sin datos	96-10 ug/kg	Saito et al., 1985
Sangre humana	Muestra mezclada con ácido fórmico y extraída con hexano "clean-up" con columna cromatográfica de Forisil; extracto concentrado.	GC-ECD	0.001 ug/L	Sin datos	Wariishi et al., 1986
Sangre humana	Muestra mezclada con H ₂ SO ₄ y extraída con hexano/acetona; concentrar el extracto.	GC-detector coulométrico y ECD	15 ng (coulométrico) 10 ng (ECD)	75-86 con 50-2000 ng añadidos	Griffith & Blanke 1974
Tejido adiposo humano	Se extrae la grasa del tejido con solvente; "clean-up" con columna cromatográfica y concentrar.	GC-ECD	0.1 ppm (oxyclordano)	102 ppm (oxyclordano)	Barquet et al., 1981
Tejido adiposo	Se extrae la grasa del tejido con solvente; sujeto a GPC y "clean-up" con Florisil; concentrar.	HRGC-ECD	1.3 ug/kg (trans-) 1.0 ug/kg (cis-)	87-100 (trans-) a 10-500 ng/g 64-91 (cis-) a 10-500 ng/g	LeBel & Williams, 1986; Williams et al., 1988a
Tejido adiposo	Muestra seca macerada, extraída con éter de petróleo y acetonitrilo; concentrada; limpiada por la columna cromatográfica.	GC-ECD	Sin datos	>80	EPA, 1977
Leche humana	Se añade oxalato de potasio a la muestra y se extraen los lípidos con solvente; disolver en acetonitrilo y extraer en hexano; "clean-up" por la columna cromatográfica; concentrar.	GC-ECD	Sin datos	79 (cis-) 97 (trans-) 90 (oxyclordano) a 0.2 ng/L	Tojo et al., 1986
Sebo humano (lípidos de la piel)	Muestras desgrasadas con gasa y humectadas con etanol. Se añade oxalato de potasio a la muestra y se extrae con solvente, disuelve en acetonitrato, extraído en hexano y limpiado por la columna cromatográfica.	GC-ECD	Sin datos	107.8 (trans-) 116.2(cis-)	Wariishi & Nisahiya, 1989

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suero, hígado, células sanguíneas	Extracción con acetona-hexano -dietiléter-éter de petróleo (células sanguíneas, hígado) hexano (suero)	HRGC-MS/SIM	Sin datos	Sin datos	Mussalo-Ruahamaa, 1991
Fecas	Extracción con solvente	GC-ECD y GC-detector coulométrico	Sin datos	Sin datos	Aldrich & Holmes, 1969
Orina	Extracción con solvente	GC-ECD y GC-detector coulométrico	Sin datos	Sin datos	Aldrich & Holmes, 1969

ECD = electron capture detector;
GC = gas chromatography;
GPC = gel permeation chromatography;
H₂SO₄ = sulfuric acid;
HNO₃ = nitric acid;
HRGC = high resolution gas chromatography;
MS = mass spectroscopy;
SIM = selective ion monitoring

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE CLORDANO EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire ambiental	Muestra se pasa a través de espuma de poliuretano porosa o Tenax; deabsorbida por extracción Soxhlet, "clean-up" del extracto por columna cromatográfica y H ₂ SO ₄ fumárico; la fracción es concentrada.	GC-ECD	Sin datos	75-95	Billings & Bidleman, 1980
Aire ambiental	Muestra pasada a través de espuma de poliuretano; extracción Soxhlet con solvente y concentrar.	HRGC-ECD y HRGC-MS	0.15 ug/m ³	Sin datos	Hsu <i>et al.</i> , 1988
Aire ambiental	Muestra pasada a través de filtros y absorber en Chromosorb 102; extraído con tolueno.	GC-ECD	0.1 ug por muestra	96-100	NIOSH 1989b
Aire de interiores	Muestras pasadas a través de Chromosorb 102; extraída ultrasonicamente con solvente y concentrada,	GC-ECD	Sin datos	95-108 a 0.0021-0.0185 mg/m ³	Thomas & Nishioka, 1985
Agua, aguas residuales	Extraer muestra con solvente; "clean-up" con Florisil y/o cobre activado y concentrar extracto.	GC-ECD (EPA método 608)	0.014 mg/L (aguas residuales)	93-20ug/L (aguas residuales)	EPA 1982a; Reding, 1987
Agua, aguas residuales	Extraer muestra con solvente a pH básico; concentrar extracto.	GC-MS (EPA método 625)	Sin datos	Sin datos	EPA, 1982a
Agua, aguas residuales	Extraer muestra con solvente a pH 7; concentrar extracto.	HRGC-MS (EPA método 625.1 y 680)	1-10 ug/L 46 a 3 ug/L	93 a 20 ug/L	Eichelberger <i>et al.</i> , 1983; Alford-Stevens <i>et al.</i> , 1988
Agua potable	Extraer con solvente, "clean-up" con columna cromatográfica; concentrar.	GC-ECD 28 ng/L94 (cis-)	23 ng/L (trans-)	79 (trans-) 94 (cis-)	Barquet <i>et al.</i> , 1981
Agua potable	Extraer con solvente y concentrar.	HRGC-MS (EPA método 508)	0.002 ug/L (trans-) 0.004 ug/L (cis-)	Recuperación media Recuperación a 0.7 ug/L 87.6 (trans-); 87.2 (cis-)	Reding 1987; Lopez-Avila <i>et al.</i> , 1990b
Agua residual	Extraer con solvente; limpiar con H ₂ SO ₄ concentrado; concentrar extracto.	GC-ECD	Sin datos	114 a 0.16 mg/L	Hernández <i>et al.</i> , 1987
Aguas subterráneas / lixiviado	Extraer con solvente; "clean-up" con columna cromatográfica; concentrar extracto.	GC-ECD (EPA método CLP)	0.5 ug/L	Sin datos	EPA 1987a
Agua, sedimento, suelo y residuos sólidos	Extraer con solvente; "clean-up" con columna cromatográfica y/o cobre activado si se requiere; concentrar.	GC-ECD (EPA método 8080)	0.14 ug/L	0.82c a 0.04 donde c es la concentración actual	EPA, 1986a

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suelo y sedimento	Extraer muestra con solvente en un agitador o por sonicación y "clean-up" con Florisil en GPC.	HRGC-MS	Sin datos	Sin datos	Alford-Stevens <i>et al.</i> , 1988
Suelo y sedimento	Extraer en solvente ultrasónicamente; "clean-up" con columna cromatográfica; concentrar.	GC-ECD	80 ug/kg	Sin datos	EPA, 1987a
Suelo, lodos y residuos sólidos	Extraer en solvente ultrasónicamente; "clean-up" con columna cromatográfica y cobre activado si se requiere; concentrar.	GC-ECD	9.4ug/kg (suelo) 140 ug/kg (lodos) 1.4 mg/kg	0.82c a 0.04 donde c es la concentración actual	EPA, 1986a
Grasa de Arenque	Extraer grasa con solvente; "clean-up" con tratamiento H ₂ SO ₄ y columna cromatográfica de sílica gel; concentrar.	GC-NCI-MS	Sin datos	Sin datos	Jansson & Wideqvist, 1983
Aceite vegetal	Disolver muestra en una mezcla solvente/ solvente; filtrar; "clean-up" por GPC si es necesario; columna cromatográfica de Florisil y alcalina; concentrar extracto.	GC-ECD	0.3 ppm	Sin datos	Young <i>et al.</i> , 1984
Aceite de hígado de bacalao	La muestra disuelta en solvente es particionada en dimetil formamida; sujeto a partición en fase reversa; concentrar extracto.	HRGC-MS	Sin datos	Sin datos	Sperling <i>et al.</i> , 1985
Grasa de carnes blancas, rojas y cerdo	Disolver grasa en mezcla de solventes; "clean-up" por GPC; concentrar extracto.	GC-ECD	Sin datos	85-110 a 0.11-0.56 ppm	Ault y Spurgeon, 1984; Ault <i>et al.</i> , 1985
Aceite de hígado de bacalao, aceite de maíz, grasa de mantequilla, extractos grasos de la dieta total de un adulto según FDA.	Muestra disuelta en solvente es sujeto a "clean-up" con GPC y Florisil; concentrar extracto.	GC-ECD	Sin datos	86-98	Hopper, 1982

CLP = contract laboratory program;

FDA = food and drug administration;

GPC = gel permeation chromatography;

HRGC = high resolution gas chromatography;

NCI-MS = negative chemical ionization-mass spectrometry

ECD = electron capture detector;

GC = gas chromatography;

H₂SO₄ = sulfuric acid;

MS = mass spectroscopy;

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE DDT, DDE, DDD EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Sangre/plasma /suero	Extraer con hexano	GC/ECD	2 ppb (DDT); 1 ppb (DDE); 2 ppb (DDD)	>90% (DDT); 100–110% (DDE); Sin datos (DDD)	EPA 1980b; Nachman et al. 1972
Sangre/plasma /suero	Extraer con metanol y Hexano-etiléteres; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD Sin datos (DDT, DDD)	0.8 ppb (DDE);	90–100% (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	McKinney et al. 1984
Sangre	Extraer con hexano; concentrar a 5 ml	GC/ECD - HERL_004	Sin datos	Sin datos	EMMI 1997
Suero	Extraer con hexano; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD	91 pg/g Suero (DDE)	83.1–85.5%	Greizerstein et al. 1997
Semen	Extraer con acetona; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD	Sin datos	96–97% (DDT); 91.4% (DDE); 91.4% (DDD)	Waliszewski y Syzmcznecki 1983
Orina	Extraer con ácido acético en hexano seguido por Metilación.	HPLC/NAA	0.01 mg/ml (DDT); Sin datos (DDE, DDD)	Sin datos	Opelario et al. 1983
Orina	Extraer con hexano	GC/ECD	2 pg (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	93.2–106.2% (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	Mühlebach et al. 1985
Hígado, riñón, leche materna	Macerar muestra con acetonitrilo; “clean-up” con Florisil	GC/ECD	Sin datos	81% (DDD); Sin datos (DDT, DDD)	Yo 1979; EPA 1980b
Músculo	Homogeneizado y extraído con hexano	GC/ECD	2 pg (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	93.2–106.2% (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	Mühlebach et al. 1985
Leche materna	Triple extracción con solvente con etanol, hexano, y hexano-etiléter; “clean-up” en Florisil.	GC/ECD	2 ppb (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	81–108% (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	McKinney et al. 1984
Leche materna	Extraer con hexano; “clean-up” con Florisil.	GC/MS	2 ppb (DDT); 1.5 ppb (DDD); Sin datos (DDE)	80–100% (DDD); Sin datos (DDT, DDD)	Krauthacker et al. 1980
Leche materna	Extracción de fase sólida; desorción desde fase sólida en Inyector GC.	GC/ECD	0.08 µg/L (p,p'-DDT) 2.79 µg/L (o,p'-DDT) 1.92 µg/L (p,p'-DDE) 1.36 µg/L (o,p'-DDE) 1.62 µg/L (p,p'-DDD) 1.85 µg/L (o,p'-DDD)	Sin datos	Röhrig y Meisch 2000
Leche	Remover proteínas con etanol; Extraer con hexano; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD	6 pg/g Suero (DDE)	95.1%	Greizerstein et al. 1997

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Leche/tejido adiposo	Extraer con hexano y éter de petróleo; "clean-up" con GPC	GC/ECD HERL_026	Sin datos	Sin datos	EMMI 1997
Tejido adiposo	Digerir con ácido acético perclórico; Extraer con n-hexano.	GC/ECD	2 pg (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	93.2–106.2% (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	Muhlebach et al. 1985
Tejido adiposo	Extraer con éter de petróleo, "clean-up" con Florisil.	GC/ECD	Sin datos	85–100% (DDT); Sin datos (DDD, DDE)	EPA 1980b
Heces	Hexano Extracción; evaporar y reconstituir con isooctano	GC/ECD	20 ppb (DDT, DDE); Sin datos (DDD)	92–111% (DDT); 96–109% (DDE); Sin datos (DDD)	Saady et al. 1992
Linfa	Co-extraer con éter; extracción final con ciclopentanona.	HPLC	Sin datos	96.4% (DDT); Sin datos (DDE, DDD)	Noguchi et al. 1985
Lípidos de la piel	Purificar con GPC, lavar con ácido sulfúrico	GC/ECD	Sin datos	96–109% (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	Sasaki et al. 1991b
Leche (MeSO ₂ -DDEa)	Partición líquida gel seguida por adsorción y "clean-up" GPC capilar	GC/MS	Sin datos	80%, promedio (MeSO ₂ -DDE)	Noren et al. 1996
Pulmón, vejiga, hígado (MeSO ₂ -DDE)	Extracción con GPC "clean-up" GC/ECD	GC/AED	Sin datos	Sin datos	Janak et al. 1998

AED = atomic emission detection;

ECD = electron capture device;

GC = gas chromatography;

GPC = chromatography of infiltration de gel;

HERL= Health y Environmental Research Laboratory of the Environmental Protection Agency;

HPLC = high performance liquid chromatography;

MS = mass spectrometry;

NAA = neutron activation analysis;

PCB = polychlorinated biphenyls

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE DDT, DDE, DDD EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire	Separar con columna de ácido silícico.	GC/ECD	0.20 ng/m ³ (DDE); 0.16 ng/m ³ (DDT)	104–106% (DDT); 100% (DDE); Sin datos (DDD)	Bidleman et al. 1978
Aire	Recolección por filtros y extracción por isooctano.	GC	0.49–2.60 mg/m ³ (DDT); Sin datos (DDD, DDE)	Sin datos	NIOSH 1977
Aire	Recolección de muestras en filtros de fibra de vidrio; Extracción Soxhlet; “clean-up” con alúmina.	GC/ECD AREAL Método TO-4	Sin datos	Sin datos	EMMI 1997
Agua	Extraer usando hexano seguido de acetonitrilo.	GC	Sin datos	85% (DDT); Sin datos (DDD, DDE)	Kurtz 1977
Agua	Extraer usando diclorometano; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD EPA Método 608	0.012 µg/L (DDT); 0.004 µg/L (DDE); 0.011 µg/L (DDD)	92% (DDT, DDD); 89% (DDE)	EPA 1982
Agua	Extraer a pH neutro con cloruro de metileno.	GC/ECD o GC/ELCD EPA Método 8081B	0.081 µg/L (DDT); 0.058 µg/L (DDE); 0.050 µg/L (DDD).	121.1% (4,4'-DDT); 98.0% (4,4'-DDE); 86.8% (4,4'-DDD)	EMMI 1997; EPA 1998j
Agua	Digerir con ácido crómico; extraer con hexano.	GC	Sin datos	100% (DDT, DDE); Sin datos (DDD)	Driscoll et al. 1991
Agua	Extraer con diclorometano.	MID GC/MS	0.012 µg/L (DDT); 0.007 µg/L (DDE); 0.008 µg/L (DDD)	93–110% (DDT); 73–110% (DDE); 76–110% (DDD)	Behzadi y Lalancette 1991
Agua	Extracción de inmersión de fase sólida, desorción desde fase sólida en inyector GC.	GC/ECD	0.30 ng/L (DDT) 0.20 ng/L (DDE) Sin datos (DDD)	32.3% (DDT); 103.8% (DDE); 113.6% (DDD)	Aguilar et al. 1999
Agua	Extracción de fase sólida, eluir con diclorometano /metanol (80:20).	GC/Ion trap MS	0.16 µg/L (DDT) 0.07 µg/L (DDE) Sin datos (DDD)	24–77% (DDT); 27–51% (DDE); Sin datos (DDD)	Eitzer y Chevalier 1999
Agua potable final y aguas subterráneas	Extraer con diclorometano; intercambio de solvente a metil tert-butil éter.	GC/ECD EPA Método 508	0.060 µg/L (DDT); 0.010 µg/L (DDE); 0.003 µg/L (DDD)	Sin datos	EMMI 1997
Lixiviado de suelos	Microextracción Head-Space de la fase sólida, desorción de fase sólida en inyector GC.	GC/ECD	0.1 µg/L	78.5% (DDT,DDE, y DDD)	Brás et al. 2000

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suelo	Extraer con hexano/acetona; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD AOAC 970.52	Sin datos	Sin datos	Helrich 1990
Suelo	Extraer con hexano/acetona; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Williams 1984
Suelo	Extraer con hexano-acetona o diclorometanoacetona, “clean-up” por métodos apropiados.	GC/ECD or GC/ELCD EPA Método 8081B	0.0036 µg/kg (DDT); 0.0025 µg/kg (DDD); 0.0042 µg/kg (DDE)	121.1% (DDT); 98.0% (DDE); 86.8% (DDD)	EMMI 1997; EPA 1998j
Suelo	Extracción con diclorometano	GC/MS EPA Método 8270D	Sin datos	111–134% (DDT)	EPA 1998k
Suelo	Extracción con diclorometano	MID GC/MS	0.4 µg/kg (DDT); 0.3 µg/kg (DDD); 0.3 µg/kg (DDE)	91–109% (DDT); 90–116% (DDD); 93–104% (DDE)	Behzadi y Lalancette 1991
Alimento	Extracción con acetonitrilo en éter de petróleo; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD	Sin datos	>80%	McMahon y Burke 1978; Williams 1984
Alimento	Extracción Soxhlet usando hexano “en línea” redistilado.	SEC-GC	10–50 µg/kg (DDE); Sin datos (DDT, DDD)	Sin datos	Grob y Kalin 1991
Alimento	Extraer con n-hexano; “clean-up” con Florisil.	GCECD/ NPDMs	0.50–10 µg/kg (DDT, DDE); Sin datos (DDD)	68–95% (DDT, DDE); Sin datos (DDD)	
Alimento	Extracción con éter mezclado; “clean-up” con Florisil.	DC-GC/ECD	0.05–1.5 ng (DDT, DDE); Sin datos (DDD)	Sin datos	Hopper 1991
Alimento	Mezclar muestra con bromuro de potasio seco en polvo.	IR/UV-SP	Sin datos	Sin datos	Gore et al. 1971
Leche	Extracción de fase sólida, eluir con hexano, “clean-up” en alumina neutral, eluir con hexano.	GC/ECD	0.12 µg/L (p,p'-DDT) 0.12 µg/L (o,p'-DDT) 0.07 µg/L (p,p'-DDE) 0.05 µg/L (o,p'-DDE) 0.07 µg/L (p,p'-DDD) 0.12 µg/L (o,p'-DDD) (clavard at 1 µg/L)	100% (p,p'-DDT); 104% (o,p'-DDT); 93% (p,p'-DDE); 97% (o,p'-DDE); 106% (p,p'-DDD); 83% (o,p'-DDD);	Yagüe et al. 2001
Grasa animal	Extraer con diclorometano / ciclohexano; separación por GPC.	GC/ECD AOAC 984.21	Sin datos	Sin datos	Helrich 1990

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Plantas	Extraer con hexano/metanol/acetona	SP	Sin datos	92–99% (DDT); Sin datos (DDD, DDE)	Verma y Pillai 1991a
Plantas	Extraer con diclorometano; concentrar la fase orgánica.	GC/HECD AOAC 985.22	Sin datos	Sin datos	Helrich 1990
Pez	Extracción Soxhlet con hexano; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD	10 µg/kg	Sin datos	Ford y Hill 1991
Pez	Extracción con éter de petróleo; “clean-up” con Florisil.	GC/ECD AOAC 983.21	Sin datos	Sin datos	Helrich 1990

AOAC = Association of Official Analytical Chemists;
 AREAL = Atmospheric Research y Exposure Laboratory of the Environmental Protection Agency;
 DC = dual capacity;
 ECD = electron capture device;
 ELCD = electrolytic conductivity detector;
 EPA = Environmental Protection Agency;
 GC = gas chromatography;
 GPC = cromatografía de infiltración de gel;
 HECD = halogen-específicos electron capture device;
 IR/UV = infrared/ultraviolet;
 MID = modified isotope dilution;
 MS = mass spectrometry;
 NPD = nitrogenphosphorous detection;
 SEC = size exclusion chromatography;
 SP = spectro-photometry

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE HEXACLOROBENCENO EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Tejido adiposo	Extracción, “clean-up” en GPC, fraccionamiento con Florisil, “clean-up” adicional opcional.	cap. GC/MS	12 ng/g	Sin datos	EPA 1986f
Tejido adiposo	Maceración con sulfato de sodio, extracción y re-extracción, fraccionamiento con Florisil.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	EPA 1980c
Tejido adiposo	Extracción Soxhlet, “clean-up” en Florisil.	cap. GC/ECD; confirmación en segunda columna	0.001 $\mu\text{g/g}$	82	Alawi et al. 1992
Tejido adiposo	Extracción con solvente, filtración, fraccionamiento con Florisil.	cap. GC/ECD; confirmación por GC/MS	0.12 ng/g	86	Mes et al. 1982
Tejido adiposo	SFE con alúmina (para remover lípidos, purificación por columna cromatográfica).	cap. GC/ECD	10 $\mu\text{g/kg}$ (tejido graso)	115	Djordjevic et al. 1994
Leche materna	Separación de la grasa; “clean-up” con columna.	cap GC/ECD	0.4 ng/g grasa	Sin datos	Abraham et al. 1994
Leche materna	Tratamiento ácido, eluir en sílica gel, concentrar	GC/ECD	0.009 mg/kg	91	Stachel et al. 1989
Sangre	Extracción con solvente (hexano), concentración.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	EPA 1980c
Sangre	Extracción con solvente, “clean-up” en sílica gel, concentración.	GC/PID	16 ng/g	79	Langhorst y Nestrick 1979
Sangre	Homogeización con benceno, filtración, fraccionamiento con Florisil.	cap. GC/ECD; confirmación por GC/MS	0.2 ng/g	80	Mes et al. 1982
Sangre	Hexano Extracción, concentración.	GC/ECD; confirmación por GC/MS	0.16 ng/g	72	Bristol et al. 1982
Suero	Extracción con solvente del Suero desnaturalizado, fraccionamiento en microcolumna de Florisil, tratamiento ácido / “clean-up” en sílica gel.	GC/ECD	1 ppb	58 – 76	Burse et al. 1990

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Orina	Extracción con solvente, "clean-up" en sílica gel, concentración.	GC/PID	4.1 ng/g	84	Langhorst y Nestrick 1979
Semen	Extracción con solvente, "clean-up" en Florisil, concentrar NICI	cap. GC/ECD; confirmación por	0.3 ng/ml	80	Stachel et al. 1989
Heces	Hervir con el solvente, "clean-up en alúmina	cap. GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Abraham et al. 1994

cap. = capillary;
ECD = electron capture detector;
GC = gas chromatography;
GPC = cromatografía de infiltración de gel;
MS = mass spectrometry;
NICI = negative ionization chemical ionization;
PID = photoionization detector;
SFE = supercritic fluid extraction

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE HEXACLOROBENCENO EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire	Recolección en PUF; extracción Soxhlet; "clean-up" en alúmina.	(EPA Método TO-10) GC/ECD	Sin datos	Sin datos	EPA 1988d
Aire ambiental	2,200 m ³ recolectados en GFF y XAD-2; extracción Soxhlet; "clean-up" en sílica gel laminada; partición por alúmina.	cap. GC/MS	0.18 pg/m ³ (calculado)	Sin datos	Hippelein et al. 1993
Aire ambiental	Recolección en XAD-2; desorción de solvente.	GC/PID	70 ppb	95	Langhorst y Nestricks 1979
Aire ambiental	Recolección en PUF; extracción Soxhlet; concentración columna megabore dual.	GC/ECD o GC/ECD y GC/MS	5 ng/m ³	82 – 103	EPA 1988h
Lluvia, nieve	Recolector modificado; extracción con solvente; intercambio de solvente; "clean-up" en sílica gel.	cap. GC/ECD	0.4 ng/L	Sin datos	Chan et al. 1994
Agua potable	Extracción de fase sólida (disco o cartdrige).	(EPA Método 525.1) cap. GC/MS	0.1–0.2 µg/L	98 – 109	EPA 1988c
Agua potable	Extracción con solvente; intercambio de solvente.	(EPA Método 508) cap. GC/ECD; confirmación usando segunda columna	0.077 µg/L (estimado)	68 – 82	EPA 1988f
Agua potable	Extracción con solvente	(EPA Método 505) GC/ECD, confirmación usando segunda columna	0.003 µg/L	91 – 100	EPA 1988e
Agua potable	Ajuste de pH; concentración en XAD-4; "clean-up" en sílica gel.	(Esquema maestro) cap. GC/MS	0.1 µg/L (objetivo)	73	Garrison y Pellizzari 1987
Aguas subterráneas	Extracción con solvente; intercambio de solvente.	(Monitoreo Nacional de Pesticidas Método 2) cap. GC/ECD, confirmación usando segunda columna	0.12 µg/L	96	Munch et al. 1990
Aguas de ríos	Centrifugación; digestión por ácido cromático; extracción.	cap. GC/ECD	Sin datos	97.5	Driscoll et al. 1991

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Residuos municipales e industriales	Extracción con solvente; intercambio de solvente; "clean-up" opcional en Florisil.	(EPA Método 612) GC/ECD	0.05 µg/L	95	EPA 1984e
Residuos municipales e industriales	ajuste de pH; extracción con solvente; concentración.	(EPA Método 625) GC/MS	1.9 µg/L	79	EPA 1984f
Aguas residuales, suelo, sedimentos, residuos sólidos	Extracción con solvente	(EPA Método 8410) cap. GC/FTIR	20 µg/L	No aplicable	EPA 1986c
Aguas subterráneas, suelos, residuos sólidos	Extracciones varias; "clean-up" por métodos apropiados	(EPA Método 8270B) cap. GC/MS	660 µg/kg (suelo, sedimento)	72.6 (Extracción Soxhlet automatizada)	EPA 1994a
Suelo	Extracción con solvente; partición líquido-líquido; "clean-up" por tratamiento con ácido sulfúrico.	GC/ECD	Sin datos	98	Waliszewski & Szymczynski 1985
Suelo	Extracción Soxhlet y sonicación; acetilación; extracción con solvente; fraccionamiento en sílica gel.	columna dual cap. GC/ECD	Sin datos	83-106	Ojala 1993
Sedimentos	Extracción por microondas centrifugación; filtración.	cap. GC/ECD	Sin datos	91.7	Onuska y Terry 1993
Tejido de peces	Moler con sulfato de sodio; extraer con hexano/acetona.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Oliver y Nicol 1982b
Pez	Homogenización; extracción Soxhlet; fraccionamiento con GPC;	cap. GC/MS	12.5 ng/g	96	Tiernan et al. 1990
Pez	Maceración; extracción Soxhlet; "clean-up" con ácido sulfúrico/sílica gel.	cap. dual GC/ECD	5 ng/g (base lipídica)	95	Rahman et al. 1993
Pez, biota acuática	Homogenización con solvente; intercambio por solvente; "clean-up" en Florisil.	cap. GC/ECD, confirmación en segunda columna	0.01 mg/kg	~94	Miskiewicz y Gibbs 1994
Organismos acuáticos	Homogenización; extracción Soxhlet; fraccionamiento con GPC; fraccionamiento con SPE; intercambio de solvente.	(USGS método) cap. GC/ECD	Sin datos	50 - 75	Shan et al. 1994

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Grasa de mantequilla, pez	Aislación en columna Florisil; partición por solvente; partición en Florisil.	GC/ECD	Sin datos	95 – 98 (pez), 99 – 104 (grasa de mantequilla)	Bong 1975
Alimentos grasos	SFE/SFC (“clean-up” en línea)	cap. GC/ECD	4 ppb	85	Nam y King 1994
Alimentos grasos	Extracción y pretratamiento; “clean-up” en Florisil.	(DFG Método S9) GC/ECD; confirmación por TLC	0.01 mg/kg	90	Thier y Zeumer 1987b
Leche	Extracción de fase sólida.	GC/ECD	Sin datos	88 – 94	Manes et al. 1993
Leche	Extracción con solvente; partición por solvente; intercambio de solvente; “clean-up” con GPC; “clean-up” opcional con alúmina.	GC/ECD, confirmación en segunda columna	<0.5 ppb	88 – 91	Trotter y Dickerson 1993
Aceites vegetales, aceite de semillas	Extracción tipo Sandwich; fraccionamiento.	GC/ECD	1 – 2 ppb	80 – 100	Seidel y Linder 1993
Frutas, vegetales	Picar y mezclar; mezclar con solvente; partición con Agua; secar.	GC/ECD, confirmación por GC/MS	0.002 ppm	93	Pandlandpiw 1993
Cosechas y alimentos	Extracción con solvente; “clean-up” por GPC; “clean-up” opcional con sílica gel.	(DFG Método S19) dual GC/ECD	Sin datos	>70	Thier y Zeumer 1987a
Acículas de pino	Secar y desmenuzar; Homogeización; Extracción Soxhlet; “clean-up” con ácido sulfúrico; fraccionamiento en Florisil.	cap. GC/ECD	0.1 ng/g (peso seco)	80–100	Calamari et al. 1994

cap. = capillary;

ECD = electron capture detector;

FTIR = Fourier transform infrared spectrometry;

GC = gas chromatography;

GFF = glass fiber filter;

GPC = gel permeation chromatography;

MS = mass spectrometry;

PID = photoionization detector;

PUF = polyurethane foam;

SFC = supercritical fluid chromatography;

SFE = supercritical fluid extraction;

SPE = solid phase extraction;

TLC = thin-layer chromatography;

USGS = U.S. Geological Survey

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE PCBs EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suero	Extracción con mezcla de solventes; tratamiento con KOH metanólico; Extracción con hexano; “clean-up” en columna de sílica gel.	HRGC/ECD	1.0 ng/ml en 1 ml muestra	>80 at 25–400 ng/ml	NIOSH 1984b (método 8004)
Suero	Extracción con mezcla de solventes; “clean-up” en columna de sílica gel.	GC/ECD	Sin datos	82.2 (promedio)	Burse et al. 1989
Suero	Extracción con solvente; “clean-up” en 10% nitrato de plata con columna de sílica gel	GC/ECD	Sin datos	93.7 a 41 µg/L	Needham et al. 1980
Suero	Extracción con mezcla de solventes; “clean-up” en columna hidratada de sílica gel para la separación de PCBs desde PBBs.	GC/ECD	2.5 ng/ml	95.3 a 100 µg/L y 105–127 a 10 µg/L	Needham et al. 1981
Suero	Extracción con dietiléter y hexano; lavar; Extraer con ácido sulfúrico; “clean-up” en columna de sílica.	HRGC/EC	0.1 ng/ml	85 at 25–125 ng/ml	Luotamo et al. 1985
Suero (para congéneres específicos)	Adición de standard de congéneres sustituto de PCB 46 y 142, Extracción con hexano, “clean-up” con Florisil.	HRGC/ECD	1 pg/g (PCB 200) - 634 pg/g (PCB 99)	95.1 ± 12.5 (PCB 153)	Greizerstein et al. 1997
Suero	Extracción con SPME; desorción térmica de PCBs en columna de GC.	GC/ECD	1.0 ppb (total PCBs)	<93	Poon et al. 1999
Sangre	Extracción con solvente; “clean-up” en Florisil.	GC/ECD; confirmación por HRGC/MS-SIM	2 ng/g	81 – 96	Mes et al. 1994
Plasma	Extracción con solvente; “clean-up” en alúmina.	Columna dual HRGC/ECD	0.01 ng/g	>95 Koopman	Esseboom et al. 1994b
Suero (específico de congéneres)	Extracción con etanol /hexano de muestra clavada con PCB marcado con ¹³ C; lavar; Extraer con ácido sulfúrico concentrado; “clean-up” y fraccionamiento por cromatografía multi columna.	HRGC/NICI/MS y IDMS	2 ppq	605 para PCB-77a, 48 para PCB-126, y 16 para PCB-169	Patterson et al. 1989

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Sangre	Hidrólisis con KOH metanólico; Extracción con hexano; “clean-up” en sílica gel y columna de alúmina si es necesario.	GC/ECD	2 pg	100±4 a 1.09 – 109 ng/g	Que Hee <i>et al.</i> 1983
Tejido adiposo	Extracción con solvente; “clean-up” en ácido sulfúrico /sílica gel y 10% nitrato de plata/columna de sílica gel.	GC/ECD	Sin datos	91 – 93 a 3 µg/g	Smrek y Needham 1982
Tejido adiposo	Extracción con acetona/hexano; fraccionamiento por GPC; “clean-up” en columna de Florisil.	Bidimensional HRGC/MS	Sin datos	>80 at 10 – 500 ng/g	Le Bel y Williams 1986
Tejido adiposo y Suero (específico para congéneres)	Extracción con etanol/hexano de muestra clavada con PCB marcado con 13C; lavar; extraer con ácido sulfúrico concentrado; “clean-up” y fraccionamiento por cromatografía multi-columna	HRGC/ID/HRMS	Sin datos	Sin datos	Patterson <i>et al.</i> 1994
Leche materna	Extracción con mezcla de solventes; “clean-up” en columna Florisil- ácido silícico.	HRGC/ECD	Sin datos	94 ng/ml	Mes <i>et al.</i> 1984; Safe <i>et al.</i> 1985b
Leche materna (para congéneres específicos)	Extracción con etanol/hexano; “clean-up” en Columna de Florisil; fraccionamiento en carbono grafitico poroso.	HRGC/ECD	3 pg/g	90 – 104	Hong <i>et al.</i> 1992a
Leche materna (para congéneres específicos)	Adición de standard de para congéneres sustituto de PCB 46 y 142, Extracción con hexano, “clean-up” con Florisil.	HRGC/ECD	1 pg/g (PCB 200) - 129 pg/g (PCB 48)	Sin datos	Greizerstein <i>et al.</i> 1997
Leche materna	Separación de grasa; “clean-up” en columnas de adsorción.	HRGC/ECD	0.4 ng/g grasa	Sin datos	Abraham <i>et al.</i> 1994
Cabello humano (para congéneres específicos)	Extracción ultrasónica con acetona/hexano; lavar; Extraer con ácido sulfúrico concentrado e hidrólisis alcalina “clean-up” en columna de Florisil; fraccionamiento en columna de carbono.	HRGC/ECD	Sin datos	Sin datos	Zupancic-Kralj <i>et al.</i> 1992

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Hígado, riñón, tejido cerebral (mono Rhesus)	Homogeización; extracción con solvente; "clean-up" en Florisil.	GC/ECD	12–33 ng/g	78–100 (aceite de maíz)	Mes et al. 1995a, 1995b
Tejido (para congéneres específicos)	Homogeneizado; Extraído en cloruro de metileno:hexano (1:1) usando extracción Soxhlet; "clean-up" usando ácido sulfúrico y cromatografía.	HRGC/HRMS	Ver tabla 7-1	Sin datos	EPA 1999k (método 1668)

La alta recuperación para PCB 77 fue debido a la interferencia desde otros congéneres.

La baja recuperación para PCB 126 y PCB-169 no es crítica ya que ID/MS hace que la recuperación sea innecesaria.

ECD = electron capture detector;

GC = gas chromatography;

GPC = gel permeation chromatography;

HRGC = high resolution gas chromatography;

HRMS = high resolution mass spectroscopy;

ID/HRMS = isotope dilution high resolution mass spectrometry;

IDMS = isotope dilution mass spectrometry;

KOH = hidróxido de potasio;

MS = mass spectrometry;

MS-SIM = mass spectrometer-selected-ion-monitoring;

NICI/MS = negative ion chemical ionization mass spectrometry;

PBBs = polybrominated biphenyls;

PCBs = polychlorinated biphenyls

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE PCBs EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire (ocupacional)	Adsorción en filtros de fibra de vidrio y Florisil; desorción de hexano	GC/ECD	0.0006 mg/m ³ para 50 L muestra	Sin datos	NIOSH 1984a (método 5503)
Aire	Adsorción en Agua-Florisil desactivado; desorción de hexano; perclorinación.	GC/ECD	Sin datos	84 – 103 a 4 – 49 µg/m ³	Lin y Que Hee 1985, 1987
Aire	Adsorción en Florisil o Chromosorb 102 o Tenax GC o XAD-2; desorción de hexano.	GC/ECD	10 µg/m ³ para 4 L muestra	>80 a 300 µg/m ³	Brownlow y Que Hee 1985
Aire ambiental	Recolección de muestras en filtros de fibra de vidrio y PUF cartridge; extracción Soxhlet; “clean-up” en columna de alúmina.	GC/ECD	>1 ng/m ³	36 – 94	EPA 1988b (método TO-4)
Aire ambiental (para congéneres objetivo)	Recolección de muestras en filtros de fibra de vidrio y Trampa de XAD-2; extracción Soxhlet; “clean-up” y fraccionamiento en columna de adsorción.	HRGC/MS		Sin datos	Hippelein et al. 1993
Agua (para congéneres específicos)	Extraer usando SPE, SFE, CLLE; “clean-up” usando ácido sulfúrico y cromatografía.	HRGC/HRMS		Sin datos	EPA 1999k (método 1668)
Agua potable	Extracción con hexano	HRGC/ECD	0.08–0.15 µg/L	84–97 (Agua potable)	EPA 1989c (método 505)
Agua potable y aguas subterráneas	Extracción con diclorometano; intercambio de solvente a metil ter-butil éter	GC/ECD o HRGC/ECD	Sin datos	Sin datos	EPA 1989c (método 508)
Agua potable (examinación)	Extracción con diclorometano; intercambio de solvente a cloroformo; perclorinación a decaclorobifenil	GC/ECD o HRGC/ECD	0.14–0.23 µg/L	82–136 ng/g	EPA 1989c (método 508A)
Agua potable	Extracción en SPE cartridges o discos; elución con diclorometano.	HRGC/MS	0.045–0.24 µg/L	65–100	EPA 1987f (método 525)
Agua potable (para congéneres específicos)	Muestra clavada con PCBs marcados con ¹³ C; Extracción con solvente de la muestra (agua y partículas filtradas); “clean-up” y fraccionamiento por cromatografía de adsorción.	HRGC/HRMS	0.02–0.04 pg/L	Sin datos	Miyata et al. 1993

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Agua lluvia (para congéneres específicos)	Pasar a través de filtros y resina XAD-2; extracción con solvente; "clean-up" en Florisil columna.	HRGC/ECD bidimensional	< 1–30 µg/L	79 – 83	Leister y Baker 1994
Aguas residuales	Extracción con diclorometano; cambiado a hexano; "clean-up" en Florisil columna; remoción de sulfuro elemental si es necesario.	GC/ECD	0.065 µg/L (PCB-1242)	88 – 96 at 25 – 110 µg/L	EPA 1982a, 1988b (método 608)
Aguas residuales	Extracción con diclorometano	GC/MS	30 – 36 µg/L (PCB-1221, 1254)	77 – 80 at 5 – 2,400 µg/L	EPA 1982a (método 625)
Agua de lagos	Pasar a través de filtros de fibra de vidrio y XAD-2; Extracción Soxhlet; "clean-up" en alúmina y columna de sílica gel.	HRGC/ECD	Sin datos	93	Swackhamer y Armstrong 1987
Agua de mar (para congéneres específicos)	Recolección de partículas y agua filtrada en un sistema de Extracción -filtración presurizado; "clean-up" con hidróxido de sodio, alúmina, y columna de sílica.	HRGC/ECD	0.1–3.0 ng/L	67–106	Kelly et al. 1993
Suelo, sedimentos, y otras matrices de muestra sólidas	Extracción con hexano/acetona; "clean-up" en columna de Florisil; desulfurización si es necesario.	GC/ECD	< 1 µg/g	Sin datos	EPA 1994f (método 8080A)c
Suelo, sedimentos, y otras matrices de muestra sólidas (para congéneres específicos)	Filtrado y homogeneizado; Extraer usando extractor Soxhlet/Dean-Stark; "clean-up" usando ácido sulfúrico y cromatografía	HRGC/HRMS	Sin datos	Sin datos	EPA 1999k (método 1668)
Residuos sólidos (Arocloros o para congéneres)	Extracción Soxhlet; ácido sulfúrico/ Permanganato de potasio; "clean-up"	HRGD/ECD; confirmación en segunda columna	57 – 70 µg/kg (suelo)	62 – 125	EPA 1995c (Método 8082)c
Residuos peligrosos	Extracción con hexano/acetona; "clean-up" en columna de sílica gel; desulfurización por cobre o mercurio si es necesario.	HRGC/ECD	60 – 70 µg/kg	104 – 107 (para suelo)	Lopez-Avila et al. 1988

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suelo/sedimento (bajos niveles)	Extracción con diclorometano/ acetona (1:1); "clean-up" por gel infiltración y columna de microalúmina.	GC/ECD	80 μ g/kg (Límite de cuantificación requerido)	Sin datos	EPA 1987a (CLP)b
Sedimento (para congéneres específicos)	Extracción ultrasónica con acetona/ hexano; Remoción con ácido sulfúrico; "clean-up" en Florisil; fraccionamiento por HPLC.	HRGC/ECD	Sin datos	70 – 93	Fuoco et al. 1993
Sedimento	Extracción supercrítica de fluido; "clean-up" con mini-columna Florisil; Remoción de sulfuro.	HRGC/ECD; confirmación por MS	Sin datos	90	Lee y Peart 1994
Raspaduras de pinturas de automotoras	Extracción con 90% diclorometano/ 10% metanol; "clean-up" en Columna de Florisil.	HRGC/ECD	1 mg/kg	74 – 86	Welsh 1995
Ceniza volátil	Extracción Soxhlet; "clean-up" de columna opcional.	GC/ECD o GC/MSSIM	Sin datos	80 – 100	Koan et al. 1994
Pez (para congéneres específicos)	Extracción de homogeneizado tejido con éter de petróleo/ acetato de etilo; "clean-up" por cromatografía de infiltración de gel.	HRGC/NICI/MS	0.2 – 3pg	65 – 115	Schmidt y Hesselberg 1992
Pez (para congéneres específicos)	Homogeneizado; extracción en cloruro de metileno:hexano (1:1) usando extractor Soxhlet; "clean-up" usando ácido sulfúrico y cromatografía	HRGC/HRMS		Sin datos	EPA 1999k (Método 1668)
Pez, huevos de pez y aves (para congéneres específicos)	Extracción de tejidos homogeneizados laminados con ^{13}C -PCB con cloruro de metileno; remoción de lípidos por infiltración de gel o diálisis; "clean-up" por multicapas y cromatografía múltiple; Fraccionamiento por HPLC.	HRGC/ECD	0.1–0.73 ng/g (lípidos)	62 – 92	Schwartz et al. 1993
Vejiga de mamífero	Muestra de terreno; extracción con solvente; "clean-up" por micro-columna de Florisil.	columna dual HRGC/ECD	30 μ g/kg	95.2 (media)	Newman et al. 1994
Animales marinos	Microextracción	GC/ECD	1 ng	95 (Aroclor 1254)	Wirth et al. 1994

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Leche de vaca (para congéneres específicos)	Mezclado de la muestra con oxalato de sodio y metanol, fortificada con PCBs marcados con ^{13}C ; extracción con solvente; "clean-up" y fraccionamiento por carbono poroso y alúmina.	HRGC/MS	0.1–0.5 pg/g (grasa) para congéneres de PCB tetra- a hexapara	50 – 60	Van der Velde et al. 1994
Huevos, pez	Extracción supercrítica de fluido combinada con separación por Florisil.	GC/ECD	Sin datos	91 – 95	Alley y Lu 1995
Alimentos grasos	Extracción con solvente; partición líquido-líquido; "clean-up" en Columna de Florisil.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	AOAC 1990

CLLE = continuous liquid/liquid extraction;
ECD = electron capture detection;
GC = gas chromatography;
HPLC = high performance liquid chromatography;
HRGC = high resolution gas chromatography;
HRMS = high resolution mass spectrometry;
MS = mass spectrometry;
NICI/MS = negative ion chemical ionization mass spectrometry;
ng = nanogram (10⁻⁹ g);
pg = picogram (10⁻¹² g);
PUF = polyurethane foam;
SIM = selected ion monitoring;
SFE = separatory funnel extraction;
SPE = solid-phase extraction

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE ENDRINA EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Matriz lipídica	Extracción con acetonitrilo.	GC/ECD o GC/MS	Sin datos	Sin datos	Walters 1986
Vísceras humanas	La muestra se extrae y homogeneiza con dietil éter, reducción de volumen y "clean-up" usando una columna cromatográfica de carbón, alúmina y sulfato de sodio; eluir usando etil éter: remoción de solvente y redisolución en acetona.	TLC	Sin datos	Sin datos	Ganguly y Bhattacharyya 1973
Suero humano	Se combina el suero con metanol seguido por extracción con hexano/etil éter y "clean-up" usando Florisil.	GC/ECD	1ppb (16.6%RSD)	112.6-121.6	Burse et al. 1990
Leche materna	Se mezcla la leche con el Florisil y se eluye con éter de petróleo /diclorometano (80:20, v/v); se remueve el solvente y se redisuelve en hexano.	GC/ECD; GC/MS	0.003 ppm (3ppb)	Sin datos	Alawi et al. 1992
Grasa de pechos	Colocación de grasa en la célula de extracción entre la capa de alumina seguido por SFE con CO ₂ y CO ₂ modificado con 5% de diclorometano; recuperación del analito en ciclohexano; "clean-up" usando alúmina neutral.	GC/ECD	10 ppb	73	Djordjevic et al. 1994
Orina (anti-12-hydroxy-endrin glucoronide)	Adición de metaperiodato de sodio a Orina seguido por calentamiento a 70°C por 45 minutos, Adición de buffer de carbonato y extracción con hexano; confirmación del analito por conversión a 12-ketoendrina con trióxido de cromo en piridina.	GC/ECD	Sin datos	92 a 10.5 ppm	Baldwin y Hutson 1980

GC = gas chromatography,

ECD = electron capture detection,

MSD:= mass selective detecto;

TLC= Thin layer chromatography

GPC = cromatografía de infiltración de gel,

MS = mass spectrometry,

SFE= supercritical fluid extration;

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE ENDRINA EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire ^a	Recolectar bajos volúmenes con filtros de fibra de vidrio y trampa de etilen glicol.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Harkov 1986
Aire ^a	Adsorción/extracción con solvente con tapón de espuma de poliuretano.	HRGC/MS	Sin datos	Sin datos	Ligocki y Pankow 1985
Agua	Extraer con diclorometano/hexano, secar con sulfato de sodio, concentrar.	GC/ECD	0.05ppb	Sin datos	ASTM 1988
Agua	Extraer con diclorometano, intercambiar a hexano; concentrar.	GC/ECD	0.006 ppb	95 +/- 2.1 ^b	EPA 1982a
Agua	Extraer con diclorometano a pH 11 y 12, concentrar.	GC/MS	Sin datos	Sin datos	EPA 1982b
Agua	Extracción de fase sólida con disco Empore. Eluir con etil acetato. Secado con sulfato de sodio; concentrar.	GC/ECD	4 ppt	86	Tomkins et al 1992
Agua	Extracción de fase sólida. Eluir con pentano, concentrar.	GC/ECD	0.1 ppb	100	Russo et al.1993
Agua	Extracción de fase sólida seguido por extracción supercrítica de fluido.	GC/MS	Sin datos	136	Tang et al 1993
Agua	Agua acidificada. Extraer a través de disco Empore con etil acetato seguido por diclorometano. Secado con sulfato de sodio, concentrar.	GC/MS	Sin datos	126 - 128	Kraut-Vass y Thoma 1991
Agua de pozo	Extraer/concentrar usando columnas SPE en fase reversa.	GC (no se especifica detección)	Sin datos	58 - 67	Hogmire et al.1990
Agua de esorrentía	Extraer muestras con solvente con diclorometano, concentrar y "clean-up" con Florosil.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Marsh 1993
Agua de mar	Muestras filtradas entonces extraídas con pentano. Solvente secado y luego particionado con hidróxido de sodio. "clean-up" de la fracción orgánica con alúmina y sílica.	GC/ECD	Mayor 0.1 ppt	97	Cruz et al. 1993

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suelo y sólidos	Extraer desde la muestra; "clean-up" del desecho.	GC/MS	Sin datos	Sin datos	EPA 1986b
Suelo y sólidos	Extraer desde la muestra; "clean-up" del desecho.	HRGC/MS	Sin datos	Sin datos	EPA 1986c
Suelos	1) Extracción supercrítica de fluido con CO ₂ premezclado con 3% metanol. 2) Suelo mezclado con sulfato de sodio. Extracción Soxhlet con 1:1 Hexano/acetona secado Extracción con sulfato de sodio, concentrar. Intercambio de solvente a MTBE. 3) Extracción por sonicación con 1:1 diclorometano/acetona. Secado. Extraer con sulfato de sodio, concentrar. Intercambio de solvente a MTBE.	GC/MS GC/ECD	Sin datos	97 97	Snyder <i>et al</i> 1992
Suelos	Extracción líquida por rotación de concentración. Extraer secado con sulfato de sodio anhidro.	GC/ECD	2-30ppb	90 - 110	Carey <i>et al.</i> 1976
Leche	Extracción con etil acetato-metanol-acetona(2:4:4). "Clean-up" con extracción de fase sólida.	GC/ECD	2ppb	108 - 116	Prapamontol y Stevenson 1991
Leche	Extracción de fase sólida de leche mezclado con 0.5% tolueno. Eluir con hexano.	GC/ECD	Sin datos	75.55	Barcarolo <i>et al.</i> 1988
Leche materna	Homogeneizar muestra con Florisil. Eluir con 80:20 pet, éter/diclorometano. Eluir Evaporado. Disolver residuo en hexano.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Alawi <i>et al.</i> 1992
Leche materna	Muestra previamente "cleaned-up" en Florisil, se añade a Kieselguhr SPE impregnada con ácido sulfurico. Eluido con pet. Éter. Transferido a isooctano.	GC/ECD	Sin datos		Di Muccio <i>et al.</i> 1990

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Alimento	Alimento picado, homogenizado con diclorometano. Secado con sulfato de sodio. Intercambio de solvente a ciclohexano. "Clean-up" por GPC. Concentrar a 1.0 ml en isooctano.	GC/ECD	10 ppt	Sin datos	Davies 1988
Alimento	Alimento mezclado con tierra de diatomeas peletizadas. Añadir mezcla a la columna de extracción. Extraer con SC-CO ₂ . Eluir muestra no grasa desde trampa Florisil con acetona.	GC/ECD	Sin datos	82 - 99	Hopper y King 1991
Aceite de oliva	Aceite disuelto en hexano, luego transferido a SPE columna. Eluido con acetonitrilo. El residuo después de secarse es "cleaned up" usando Florisil. Hexano/benceno/etil acetato usado para eluir la fracción para análisis.	GC/ECD	Sin datos	101	Di Muccio et al. 1991
Manzana	Muestras mezcladas/filtradas y elevadas en acetona. Particiones secadas y concentradas en cloruro de metileno.	ELISA	10-30 ppm	23 - 82 (muestras clavadas)	Wigfield y Grant 1992

^a Metodo aplicable a pesticidas clorinados similares a Endrin, como Aldrin y Dieldrin.

^b Recuperación relativa, porcentaje \pm desviación standard, porcentaje.

ECD = electron capture detector;

ELISA = enzyme-linked immunosorbent assay;

GC = gas chromatography;

HRGC = high resolution gas chromatography;

MS = mass spectrometry; MTBE metil-tert-butyl ether;

ppb = parts per billion;

ppm = parts per million;

ppt = parts per trillion;

SPE = Solid-phase extraction.

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE HEPTACLORO EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Tejido adiposo	Extracción de lípidos con acetona-hexano; fraccionamiento desde la grasa por cromatografía de infiltración de gel; "clean-up" en columna Florisil.	GC/ECD; GS/MS	1.4 ng/g (Heptacloro); 1.1 ng/g (epóxido de Heptacloro)	72-87% (Heptacloro); 86-98% (epóxido de Heptacloro)	LeBel y Williams 1986
Tejido adiposo	Extracción de lípidos con éter de petróleo; concentración, "clean-up" en columna Florisil.	GC/ECD	0.001 ppm (epóxido de Heptacloro);	84%	Adeshina y Todd 1990
Hígado humano y tejido cerebral	Moler tejido de Hígado y extraer con éter de petróleo. secar tejido cerebral y moler con éter de petróleo. Centrifugar e inyectar.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Radomski et al 1968.
Tejido humano	Homogeneizar. Extraer con hexano conteniendo sulfato de sodio anhidro. Evaporar. Redissolver en hexano. "clean-up" en Florisil.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Klemmer et al. 1977.
Sangre	Extracción lipídica con cloroformo / metanol; "clean-up" con columna cromatográfica; elución con acetonitrilo, hexano y diclorometano.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Polishuk et al. 1977 ^a , 1977 ^b
Suero	Añadir metanol y Extraer con hexano / etiléter. "clean-up" en columna de Florisil. Tratamiento ácido y "clean-up" en columna de sílica gel.	GC/ECD	Sin datos	80-96%	Burse et al. 1990
Leche materna	Homogeneizar con cloroformo/metanol; Extraer lípidos con éter de petróleo o hexano; "clean-up" por columna cromatográfica; elución con acetonitrilo, hexano, y diclorometano.	GC/ECD	NR	NR	Polishuk et al. 1977 ^b
Leche materna	Extracción lipídica con acetona-hexano. Disolver en benceno-acetona; "clean-up" en Florisil. Eluir con diclorometano-éter de petróleo. Concentrar y añadir hexano.	GC/ECD	0.001 ppm (Heptacloro poxide)	NR	Ritcey et al. 1972

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Orina y heces (Heptacloro, epóxido de Heptacloro, y metabolitos)	Extraer con acetona y hexano. Combinar solventes y concentrar. Mezclar con ácido silico y secar al aire; "clean-up" en columna de Florisil y columna de ácido silicídico. Metabolitos extraídos en hexano para análisis GC.	GC/ECD	NR	NR	Tashiro y Matsumura 1978

ECD = electron capture detector;
GC = gas chromatography;
MS = mass spectrometry

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE HEPTACLORO EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire de exteriores	Muestra recolectada con muestreador de bajo volumen consistente de una bomba de flujo constante y un cartridge con espuma de poliuretano. Extraer con dietiléter en hexano.	GC/ECD; GC/MS	0.0006 ppb	99% (Heptacloro)	Lewis et al. 1986
Aire interior	Muestra recolectada a través de un tubo de vidrio que contiene Chromosorb 102. Descripción con tolueno.	GC/ECD	0.1 ppb	> 75% (Heptacloro)	NIOSH 1979
Polvo domiciliario	Muestra recolectada con un muestreador de superficie de alto-volumen; Extraer con dietiléter en hexano.	GC/ECD; GC/MS	Sin datos	NR (Heptacloro)	Roberts y Camann 1989
Agua	Extraer con diclorometano.	GC/MS	Sin datos	52-68% (Heptacloro)	Alford-Stevens et al. 1988
Agua residual	Extraer con diclorometano, cambiar a hexano.	GC/ECD (EPA Método 8080)	0.003 µg/L (Heptacloro); 0.083 µg/L (epóxido de Heptacloro)	69% (Heptacloro); 89% (epóxido de Heptacloro)	EPA 1986d
Agua residual	Extraer con diclorometano	GC/MS (EPA Método 8250)	1.9 µg/L (Heptacloro); 2.2 µg/L (epóxido de Heptacloro)	87% (Heptacloro); 92% (epóxido de Heptacloro)	EPA 1986d
Agua potable	Extraer con diclorometano; intercambio de solvente con metil tert-butil éter.	GC/ECD (EPA Método 508)	0.01 µg/L (Heptacloro); 0.015 µg/L (epóxido de Heptacloro)	99% (Heptacloro); 95% (epóxido de Heptacloro)	López-Ávila et al. 1990
Suelo/sedimento y residuos sólidos	Extraer con diclorometano; "clean-up" mediante extracción.	GC/MS (EPA Método 8250)	1.9 µg/L (Heptacloro); 2.2 µg/L epóxido de Heptacloro	87% (Heptacloro); 92% (epóxido de Heptacloro)	EPA 1986d
Alimento (grasa de mantequilla)	Extracción lipídica con cromatografía de infiltración de gel automática; inyección directa.	GC/ECD	Sin datos	100% (epóxido de Heptacloro)	Hopper y Griffitt 1987
Leche	Extraer en columnas desechables de matriz sólida por medio de acetonitrilo-saturado con éter de petróleo; clean-up con Florisil.	GC/ECD	Sin datos	99% (epóxido de Heptacloro)	DiMuccio et al. 1988

ECD = electron capture detector; EPA = Environmental Protection Agency; GC = gas chromatography; MS = mass spectrometry

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE FURANOS EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suero humano	Muestra marcada con ^{13}C -CDF que contiene substitutos 2,3,7,8- para congéneres fraccionados en lipoproteínas, quilomicrones y células sanguíneas por centrifugación / ultracentrifugación. Extraer con $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, etanol y hexano; clean-up con capa de hexano concentrado, H_2SO_4 concentrado, y “clean-up” con columna cromatográfica.	HRG / HRMS	5 ppq (pg/kg)	89-103.5	Patterson et al. 1989, 1987 (método CDC)
Plasma humano	Clavar plasma con ^{13}C -CDF y mezclar con ácido fórmico y degasificar en bajo vacío, “clean-up” por reversión.	HRGC/NCI-MS	Sin datos	66-87	Chang et al. 1990
Plasma humano/ tejido adiposo	Extraer muestra con ^{13}C -sustituto y standards internos con metanol y cloroformo, separar capa de cloroformo por adición de más cloroformo y concentrar; “clean-up” por pasos múltiples en columna cromatográfica.	HRGC/HRMS	0.003-0.02 ppt	64-135	Nygren et al. 1988
Tejido humano adiposo	Clavar muestra con ^{13}C -CDF, Extraer con diclorometano, concentrar. “clean-up” por múltiple columna cromatográfica, añadir standard interno de cuantificación.	HRGC/MS	2-10 ppt	Sin datos	Stanley et al. 1986
Tejido humano adiposo	Clavar tejido con compuestos isotrópicamente marcados, digerir en HCl concentrado, Extraer con hexano, “clean-up” y fraccionar por columna cromatográfica múltiple.	HRGC/MS	1-10 ppt	Sin datos	Graham et al. 1986
Tejido humano adiposo	Clavar tejido con ^{13}C -CDF para congéneres y, extraer con acetona (hexano, redissolver en diclorometano / ciclohexano, “clean-up” por cromatografía de infiltración de gel, luego “clean-up” por columna cromatográfica múltiple.	HRGC/HRGC	1 ppt	65.5-180.3 at 20 ppt	Le Bel et al. 1990

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Adiposo humano y otros tejidos (adrenal, medula ósea, hígado, músculo, bazo, riñón, pulmón)	Homogeneizar tejido, extraer con acetona/hexano, clavar con ^{37}Cl -CDF, "clean-up" con H_2SO_4 y columna cromatográfica múltiple.	HRGC/MS	2 ppt	Sin datos	Ryan et al. 1986, 1987b
Tejidos (adiposo, totalidad de la sangre, suero, o secciones de órganos)	Clavar tejido con standard interno ^{13}C -CDF, digerir/extraer con (1) HCV hexano en baño ultrasónico, o (2) hidróxido de potasio/etanol y extraer con hexano, o (3) hexano/acetona en batidora; "clean-up" con H_2SO_4 concentrado y columna cromatográfica múltiple.	HRGC/MS o HRGC/HRMS	2-25 ppt (for 2,3,7,8-tetraCDD)	50-90 (para 2, 3,7,8-tetra CDD)	Tiernan et al. 1984
Hígado (rata, cerdo de guinea, hamster, ratón)	Homogeneizar muestra con sulfato de sodio y standard interno ^{13}C -CDF, extra/"clean-up" en una columna de múltiples adsorbentes con ciclohexano-diclorometano; posterior "clean-up" con columna cromatográfica.	HRGC/HRMS	0.1-1.0 ppt	55-110 ppt	Lindstroem y Rappe 1990
Yema de huevo (sólo OCDF)	Homogeneizar con acetona-hexano, extraer hexano, concentrar y "clean-up" con columna Biobeads S-X-3.	Megabore GC/EDC (ASTM STP1075)	0.5-1.0 ppt lípidos	53-120	Draper et al. 1991
Huevo de gallina e hígado de gallina	Homogeneizar muestra con acetonitrilo, añadir ^{13}C -CDF, separar capa de acetonitrilo, concentrar, y "clean-up" por columna C-18 en fase reversa; "clean-up" posterior con H_2SO_4 y columna cromatográfica múltiple adsorbente	HRGC/NCI-MS	Sin datos	64-80	Chang et al. 1990
Leche de vaca	Clavar muestra con ^{13}C -tetraCDF, añadir acetona, extraer con hexano, "clean-up" por multi-columna cromatográfica y H_2SO_4 concentrado y post-columna y HPLC	HRGC/HRMS	0.01-0.7 ppt	47.3-57.9	Glidden et al. 1990

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Leche materna	Clavar muestra con standard interno, mezclar con ácido fórmico y Lipidex 5000; lavar mezcla con metanol y eluir en acetonitrilo, "clean-up" por columna cromatográfica multifase.	HRGC/MS	Sin datos	64-100	Noren y Sjoval 1987

CDF = chlorinated dibenzofuran;
H₂SO₄ = sulfuric acid;
HCl = hydrochloric acid;
HPCL = high performance liquid chromatography;
HRGC = high resolution gas chromatography;
HRMS = high resolution mass spectrometry;
MS = mass spectrometry;
(NH₄)₂SO₄ = ammonium sulfate;
NCI-MS = negative chemical ionization mass spectrometry;
tetraCDD = tetrachlorodibenzo-p-dioxin;
tetraCDF = tetrachlorodibenzofuran

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE FURANOS EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire ambiental	Clavar muestras recolectadas en espuma de poliuretano/XAD-2 cartridge con un standard interno ^{37}Cl -CDF, extraer con tolueno, lavar con ácido y base, "clean-up" por multisección y cromatografía multicolumna.	HRGC/MS	0.01 pg/m ³	38-109 (para muestras en terreno)	Wagel et al. 1989
Aire ambiental	Clavar muestras recolectadas en filtro de fibra de cuarzo y espuma de poliuretano con standard interno ^{13}C -CDFs; Extracción Soxhlet con benceno; "clean-up" por separación ácido-base y cromatografía multicolumna en sílica gel, alúmina y carbono.	HRGC/HRMS	0.02-0.2 pg/m ³	74-98% at 0.2 ng (clavar)	Harless et al. 1992
Aire ambiental	Clavar muestra recolectados en espuma de poliuretano/filtros de fibra de vidrio con standard interno ^{13}C -CDFs, extraer con acetona/tolueno, "clean-up" por cromatografía multicolumna y HPLC.	HRGV-MS	Sin datos	88.3-113	Oehme et al. 1986
Efluentes de gas de chimenea	Recolectar muestra isoquinéticamente con método EPA 5 modificado; recolección, extraer con benceno, clavar con standard interno ^{13}C -tetraCDF, "clean-up" por HPLC bidimensional.	HRGC-MS	Sin datos	68-94	Nestrick y Lamparski 1989; Lamparski y Nestrick 1989
Aire, agua, suelo, sedimento, ceniza, y pez	Clavar muestra con standard interno ^{13}C -CDF, extraer (1) filtros de Aire, suelo, sedimento, y ceniza con tolueno; (2) Agua con diclorometano; y (3) pez con diclorometano / ciclohexano; "clean-up" del extracto en columna cromatográfica multifase.	HRGC/HRMS	Sin datos	Sin datos	Kleopfer et al 1989.
Precipitación (lluvia, nieve)	Recolectar muestras en un jarro, pasar el agua recolectada a través XAD-2 Catridge con un prefiltro de fibra de vidrio, clavar cartridge con acetona-hexano y el filtro con tolueno; "clean-up" por columna cromatográfica multicapa y HLPC.	HRGC/MS	1-7 ppq (para CDD)	42-86 (para CDD)	Tashiro et al. 19789

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Agua, suelo, fango, residuos químicos, ceniza volátil	Clavar muestra con ^{13}C -CDFs, específicos para la matriz- Extracción, ejecutar "clean-up" en multicolumna, añadir standard de recuperación.	HRGC/MS	0.63-2.53 ppt (Agua reactiva) 0.11-0.83ppb (suelo) 0.06-0.30ppb (ceniza volátil) 0.46-2.17ppb (fangos)	54.2-105.8	EPA1986b (SW846, método 8280)
Agua, suelo, fango, residuos químicos, ceniza volátil	Clavar muestra con ^{13}C -CDFs, específicos para la matriz, extracción, "clean-up" por ácido-base y cromatografía multicolumna, añadir standard de recuperación.	HRGC/HRMS	0.025-0.1ppt (Agua) 2.5-12.5ppt (suelo y sedimento) 2.5-12.5ppt (ceniza volátil) 12.5-62.5ppt (fango)	Sin datos	Tondeur et al. 1989 (EPA método 8290)
Agua, fango	Pasar aguas de ríos y agua potable a través de una serie de espumas de poliuretano; filtrar aguas residuales a través un filtro de fibra de vidrio clavado, y extraer el filtrado con cloruro de metileno; extraer el filtro de fibra de vidrio poliuretano, y agregar acetona / diclorometano; concentrar todo, disolver extractos en hexano, "clean-up" por un sistema de tres columnas.	HRGC/HRMS	0.02 ppq (Agua) 0.3-18 ppt	Sin datos	Rappe et al. 1989c
Suelo	Clavar muestra con standard interno ^{13}C -CDF, extraer con hexano/acetona, "clean-up" por multicapa y multicolumna, añadir standard de recuperación.	HRGC/HRMS	Sin datos	53-86	Creaser y Al-Haddad 1989
Suelo (solo OCDF)	Extracción Soxhlet, tamizar muestra con hexano, concentrar y "clean-up" por Florisil®	Megabore GC/ECD (ASTM STP 1075)	0.4-0.8 ng/g	101	Draper et al. 1991
Pez, aceite de pescado, suelo, sedimento	Clavar muestra con marcadores isotópicos, homogeneizar con solventes selectivos, "clean-up" por multicapa y cromatografía multicolumna.	HRGC/NCI-MS	< 5ppt	52-98 (para peces) 62-117 (para aceites de peces)	Smith et al. 1984

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Carne en lata	Clavar muestra con ¹³ C-tetraCDF, mezclar con sulfato de sodio, extraer con diclorometano, “clean-up” por multicapa y cromatografía multicolumna.	HRGC/HRMS	16-39 ppq (pg/kg) (base lipídica húmeda)	70-120	LeFleur et al. 1990
Pez	Homogeneizar muestra clavada, añadir HCl concentrado, extraer con pentano, concentrar, “clean-up” por H ₂ SO ₄ concentrado y multilaminado, cromatografía multicolumna.	HRGC/MS	0.03-20 ppt	Sin datos	Zacharewski et al. 1989
Ceniza volátil	Extraer muestra con benceno, “clean-up” por fraccionamiento con HPLC.	HRGC/MS (no separa isómeros específicos)	Sin datos	Sin datos	Tong et al. 1984
PCB, cenizas volátiles, y hexaclorofeno	Disolver o Extraer (¹³ C-tetraCDF) con solventes adecuados, separar por cromatografía gaseosa bidimensional.	GC/GC/MS	Sin datos	Sin datos	Ligon y May 1986
Efluente de celulosa	Clavar muestra con ¹³ C-tertaCDF, filtrar muestra, extraer filtrado con cloruro de metileno y el residuo o fango con benceno/acetona; concentrar extraer, “clean-up” con ácido-base extracción, cromatografía multicolumna.	HRGC/HRMS	3.8 ppq (Agua) 0.34 ppq (sólida muestra)	40 - 65	Tiernan et al. 1989
Polyetileno	Extraer con decahidronaftaleno a 160°C, diluir con isooctano, filtrar; filtrar colector a través de columna de alúmnina básica activada y posterior “clean-up” por fraccionamiento en HPLC en dos etapas.	HRGC/MS	20-40 ppq (2,3,7,8-TCDF)	106% at 500 ppq	Nestrick et al. 1991
Productos de papel	Homogeneizar muestra ligada, clavar con ¹³ C-CDFs; extraer con etanol, “clean-up” por cromatografía de infiltración de gel, tratamiento con H ₂ SO ₄ y cromatografía multicolumna.	HRGC/HRMS	0.2-0.4 ppt	Sin datos	Le Bel et al. 1991

CDD = chlorodibenzo-p-dioxin;

HCl = hydrochloric acid;

HRMS = high resolution mass spectrometry;

tetraCDF = tetrachlorodibenzofuran

CDF = chlorinated dibenzofuran;

HPLC = high performance liquid chromatography;

MS = mass spectrometry;

H₂SO₄ = sulfuric acid;

HRGC = high resolution gas chromatography;

NCI-MS = negative chemical ionization mass spectrometry;

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE TOXAFENO EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Sangre humana	Adicionar la muestra a una solución diluida de H ₂ SO ₄ y 10% fungstato sódico; filtración de la solución y lavado del residuo con agua; remover el agua con (Na ₂ SO ₄) y extraer con hexano; filtración del extracto a través de Na ₂ SO ₄ anhidro y evaporar hasta sequedad; disolver el residuo en acetona.	TLC	1 ug/muestra	94	Tewari y Shama 1977

ECD = electron capture detector; *GC* gas chromatography; *GPC* cromatografía de infiltración de gel;
MC = microcoulometry;
NCIMS = negative chemical ionization mass spectrometry;
TLC = thin layer chromatography

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE TOXAFENO EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire	Muestrear con Chromasorb 102; extracción con hexano.	GC/ECD	0.234 - 0.926 ng/m ³	100	Thomas y Nishioko 1985
Aire	Recolección de muestra de aire con un muestreador de aire y lluvia equipado con prefiltro y etilen glycol; dilución de etilen glycol con agua y la extracción con hexano; la extracción del prefiltro con hexano; concentrar el extracto antes de secar.	GC/ECD	1 - 10 ng/m ³	Sin datos	Kutz et al. 1976
Aire	Adsorción con PUF usando una bomba de muestreo de alto volumen; Extracción con hexano y reducir volumen.	GC/ECD; GC/MS	0.10 pg/m ³ (10000 m ³ de muestra)	Sin datos	Barrie et al. 1993
Aire ambiental	Muestreador de alto volumen consistente en fibra de vidrio con PUF adsorbente de apoyo y tasa de flujo de aproximadamente 200-280 L/minuto por 24 horas; Extracción del filtro y PUF en Soxhlet con 5% éter en hexano. "Clean-up" usando columna cromatográfica de alúmina y concentración usando KD (EPA Método TO4).	GC/ECD (EPA Método 608)	Generalmente > 1 ng/m ³	Sin datos	EPA 1984a
Agua potable	Extracción de la muestra con 15% diclorometano en hexano; removiendo el agua usando Na ₂ SO ₄ anhidro; extraer y reducir a volumen.	GC/ECD o GC/MC o GC/electrolytic conductivity y GC/MS	0.001-0.01 ug/L (por un solo pesticida como componentes de la muestra) 0.0050-1.0 ug/L	Sin datos	EPA 1987a
Agua potable	Extracción de la muestra con diclorometano, remover el agua e intercambiar el solvente por metil-t-butil éter (EPA Método 508).	GC/ECD (columna capilar)	Sin datos	Sin datos	EPA 1989
Agua potable, aguas subterráneas, de lodos y alcantarillado	Extracción de la muestra con solvente orgánico y "clean-up" usando columna de Florisil.	GC/ECD	0.24 ug/L (agua potable) y 24 mg/L (Agua no miscible con el agua de alcantarillado)	Sin datos	EPA 1986f

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Agua potable	Extracción de la muestra con acetona en un aparato de muestreo de agua equipado con espuma de poliuretano poroso; elución del extracto a través columna de florisil activada con dietiléter en éter de petróleo.	GC/ECD y GC/MS	0.01ng/L	100	EPA 1976b
Tap agua, aguas subterráneas, aguas de ríos	Aislación de los compuestos desde agua usando C ₁₈ SPE seguido por la recuperación de los analitos adsorbidos con dióxido de carbono supercrítico conteniendo acetona.	GC/captura de ion MS	7.4 ug/L	105 (18% RSD) a 25 ug/L	Ho et al. 1995
Aguas residuales	Extracción con diclorometano.	Tyem MS	5 ug/muestra		Hunt et al. 1985
Aguas residuales	Extracción con diclorometano, intercambio de solvente con hexano; "clean-up" con florisil.	GC/ECD (columna empaquetada)	0.24 ug/L	96	EPA 1984c
Aguas residuales	Extracción con 15% diclorometano en hexano seguido por remoción del agua con sulfato de sodio y concentración con K-D. Además se necesita limpieza adicional por separación con acetonitrilo removiendo grasas y aceites usando columna de florisil.	GC/ECD	Sin datos	96	EPA 1992c
Descarga de aguas municipales e industriales	Ajuste pH=11 y extracción con diclorometano; concentración usando K-D; después secado.	GC/MS	Sin datos	Sin datos	APHA 1989a
Descargas municipales e industriales	Extracción con diclorometano (sin ajuste de pH) e intercambio de solvente a hexano durante concentración; "clean-up" con magnesia-sílica gel y concentración.	GC/ECD	0.24 ug/L	80	APHA 1989b

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Residuos municipales e industriales agua, lodos	(1) Si los sólidos <1%, extracción con diclorometano. (2) Para no lodos con sólidos 1-30%, disolución a 1% y extracción con diclorometano. Si sólidos >30% sonicación con cloruro de metileno/acetona. (3) Para lodos: si sólidos <30%, tratamiento como en #2 arriba. Si los sólidos >30%, sonicación con acetonitrilo entonces cloruro de metileno. Extracción de apoyo con 2% sulfato de sodio. Remover agua con sulfato de sodio, concentrar usando K-D, purificación usando GPC, Florisil y/o SPE.	GC con ECD, MC o conductividad electrolítica	910 ng/L (más bajo si hay más interferencias)	76-122 a 5000 ng/L es aceptable	EPA 1992d
Lodos primarios	Extracción de la muestra con hexano: diclorometano: acetona (83:15:2); extraer concentrado y "clean-up" en columna de Florisil y elución con 20% acetona en hexano.	GC/ECD GC/MS	Sin datos	85-93	EPA 1982b
Suelo, agua	Extracción de la muestra con solvente orgánico o mezcla de solventes orgánicos, dependiendo de la matriz de muestra.	GC/ECD or GC/ELCD	0.086 ug/L (0.086 ppb, wt/wt) para Agua; 5.7 ug/kg (5.7 ppb, wt/wt) para suelo	Sin datos	EPA 1995c
Suelo	Adición de agua y extracción con metanol:tolueno (1:1); carga de extracción en columna Chromaflex conteniendo Florisil; concentración de la muestra; adición de solución 43% KOH metanólico y reflujo seguido por extracción con hexano y "clean-up" con columna Florisil.	GC/MS y HPLC	0.05 ug/g	76 - 91	Crist et al. 1980
Suelo	Extracción Soxhlet usando cloruro de metileno o sonicación con cloruro de metileno: acetona (1:1 v/v). clean-up con GPC o SPE.	GC/EC-NIMS	100 ug/kg	Sin datos	Brumley et al. 1993

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suelo	Extracción de la muestra (1 g) con diclorometano:acetona (1:1) usando sonicación; remoción de agua con a sulfato de sodio columna; intercambio de solvente a isooctano; clean-up con Florisil.	GC/NCIMS	50 ug/kg (ppb, w:w)	90-109 (10% RSD)	Onuska et al. 1994
Suelo	Extracción de suelo; introducción de extractor con enzimas-toxafeno conjugadas en el tubo conteniendo anticuerpo para toxafeno inmovilizado.	Inmuno-ensayo colorimétrico	0.5 ug/g (0.5 ppm)	118% sobre 0.25 to 5.0 ug/g	EPA 1995 ^a
Sedimento, y tejido de mejillón	Extracción de la muestra con hexano; elución desde columna de alúmina y concentración del eluido.	HPLC seguido por GC/FID or GC/ECD	<1 ng/g	95-100	Petrack et al. 1988
Formulación de pesticida	Extracción de la muestra usando 50% KOH metanólico; elución con éter desde Florisil.	GC/ECD	1 ng/muestra	Sin datos	Games 1977
Formulación de pesticida	Remoción del solvente (xylene) desde muestra de pesticida por presión reducida; Extracción con hexano.	columna de GC tubular abierta y GC/TLC	Sin datos	Sin datos	Saleh y Casida 1977
Formulación de pesticida	Extracción de la muestra con hexano	TLC	1 ug/muestra	Sin datos	Ismail y bonner 1974
Formulación de pesticida	Disolución de la muestra en hexano y carga hacia columna de alúmina; elución con hexano, entonces 20% cloruro de metileno en benceno y finalmente 100% metanol.	GC/ECD o GC/FID	Sin datos	Sin datos	Seiber et al. 1975
Hojas de algodón	Extracción de la muestra con Agua y éter de petróleo; adición de KOH metanólico y calor tratamiento; concentración del extracto.	TLC seguido por GC/ECD	0.16-0.45 ug/cm ²	Sin datos	Bigley et al. 1981
Alimentos no grasos	Extracción de la muestra homogeneizada con solvente (acetona/agua, dependiendo de la mezcla y contenido de azúcar) seguido por remoción de agua y "clean-up" con Florisil.	GC/ECD (PAM1 métodos 302, 303)	<0.2 ppm	>80%	FDA 1994a

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Productos varios	50g homogeneizados de muestra. Extracción con acetonitrilo, filtrado, y añadir sal para afectar la separación de fases. Evaporación hasta cerca de secado y reconstitución en benceno.	GC/ECD	2 ppm	Sin datos	Hsu et al. 1991
Frutas y vegetales	Extracción con acetona in blender; filtración y extracción con éter de petróleo/di-clorometano; evaporación de solvente y disolución del residuo en mínima cantidad de acetona.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	WHO 1984
Pepino	Mezclar la muestra con acetona, seguida por extracción con éter de petróleo y diclorometano (1:1); remoción de agua (Na ₂ SO ₄) y concentración, seguido por "clean-up" con columna Florisil.	GC/ECD o FID	4.34 ppm	113	Luke et al. 1975
Extractos fortificados (alimentos varios)	Preparación de la solución de muestra con acetona o hexano; adición de solución de difenilamina y cloruro de zinc y evaporación a secado; calentamiento del residuo (250 °C) por unos pocos minutos y disolución del complejo residual en acetona.	Espectro-fotómetro (absorbancia a 640 nm)	> 1 ppm	69 - 100	Graupner y Dunn 1960
Melaza	Dilución de la muestra con agua; extracción con hexano: isopropanol.	GC/ECD	0.03 mg/kg	Sin datos	WHO 1984
Alimentos grasos	Extracción de grasas y residuos desde muestra homogenizada por disolución en un solvente orgánico seguido por aislación del residuo desde la grasa usando "clean-up" con columna Florisil.	GC/ECD	<0.2 ppm	>80%	FDA 1994b
Carne	Mezclado con etil acetona seguido por secado (Na ₂ SO ₄) y filtración; tratamiento del extracto con KOH y calor; extracción con hexano; "clean-up" con columna Florisil.	GC/ECD	Sin datos	76 - 79	Boshoff y Pretorius 1979

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Sangre de bovino desfibrinada	Dilución de la sangre con agua y extracción con hexano.	GC/ECD	0.58 ug/ml	73.4	Maiorino et al. 1980
Sangre de bovino desfibrinada	Adición de muestra a 88% ácido y agitación en un mezclador vortex; extracción con hexano y extracción de hexano con 5% carbonato de potasio; reducción del volumen del extracto.	GC/ECD	0.465 ug/ml	71.7	Maiorino et al. 1980
Sangre de bovino desfibrinada	Adición de muestra a 88% ácido fórmico seguido por mezcla y carga hacia columna de Florisil; elución con 6% dietiléter en éter de petróleo; reducción de volumen y lavado con hexano.	GC/ECD	0.026ug/ml	103.4	Maiorino et al. 1980
Manteca de cerdo	Extracción con éter de petróleo; centrifugación; remoción del agua desde extracto con Na ₂ SO ₄ anhidro; reducción de volumen.	GC/ECD	1.37 ug/g	46.5 - 107.3	Head y Burse 1987
Grasa de pollos	Devolución de la grasa seguido por análisis directo.	GC/ECD	0.475-0.908 ppm	92.6 - 96.9	Ault y Spurgeon 1984
Grasa de leche	Centrifugación y fraccionamiento usando columna de Florisil.	GC/ECD y GC/MS	<10 ppb (ECD) 7 ppb(MS)	Sin datos	Cairns et al 1981
Leche y mantequilla	Adición de la muestra con KOH seguido por tratamiento con calor y extracción con hexano; centrifugación y "clean-up" usando Florisil.	GC/ECD	Sin datos	78 - 88	Boshoff y Pretorius 1979
Leche materna	Centrifugación de muestra de leche; secado frío del concentrado de grasa; disolución en acetona y enfriar a -60°C; redisolución del residuo en hexano y agitación con H ₂ SO ₄ concentrado; "clean-up" usando columna de sílica gel.	GC/ECD y GC/NCIMS	100 ng/g	Sin datos	Vaz y Blomkvist 1985
Pez (completo)	Mezclar muestra congelada con hielo seco y Na ₂ SO ₄ anhidro. Extracción en una columna con hexano: acetona (1:1), seguido por metanol.	GC/NCIMS	75 pg/ muestra	98	Swackhamer et al 1987

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Tejido de peces	Extracción del tejido con una mezcla de hexano y acetona seguido por una segunda extracción con hexano y dietiléter; evaporación y disolución del extracto lipídico en hexano; agitación del extracto con H ₂ SO ₄ para remover lípidos.	GC/NCIMS	Sin datos	Sin datos	Jansson y Wideqvist 1983
Tejido de peces	Homogeización de 10 g muestra con hexano: acetona (1:2.5) bajo condición ácida, extracción doble con 10% dietiléter en hexano. Tratamiento con 98% H ₂ SO ₄ y "clean-up" con GPC y cromatografía en sílica gel.	GC/NCIMS	Sin datos	94 (RSD=11%) a 19 ng/g	Jansson et al. 1991
Pez	Homogeización de 20 g muestra seguido por extracción con hexano/ acetona, adición de standards internos (¹³ C-PCBs), y "clean-up" usando GPC y Florisil	GC/HRMS (SIM)	10 ppb (peso humedo)	Sin datos	Andrews et al. 1993
Tejido de peces	Pulverización del tejido con sulfato de sodio anhidro y extracción con acetona, intercambio de solvente a hexano y reducción de volumen. "Clean-up" usando paquete seco de Florisil, paquete húmedo de Florisil y sílica gel.	GC/MS	0.1 ng/g	90 (RSD=7%) a 100 ng	Jamuzi y Wakimoto 1991

ECD= electron capture detector;

FID= flame ionization detector;

GC= gas chromatograph;

HPLC= high performance liquid chromatography;

K-D= Kuderna-Danish concentration;

MS= mass spectrometry;

PUF= espuma de poliuretano;

RSD= relative standard deviation;

TLC= thin-layer chromatography;

wt/wt= weight/weight

ELCD= electrolytic conductivity detector;

FTIR= Fourier transform infrared spectroscopy;

GPC= cromatografía de infiltración de gel;

HRMS= high resolución mass spectrometry;

MC= microcoulometry;

NCIMS= negative ion chemical ionization mass spectrometry;

SOM = selected ion monitoring;

SPE= solid phase extraction;

v/v= volume/volume;

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE MIREX EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suero sanguíneo	Desnaturalizar; agregar solvente; "clean-up" en sílica gel.	GC/ECD: confirmación por GC/HRMS capilar	0.2 ppb	70	Korver et al 1991
Suero sanguíneo o sangre completa	Acidificación; extracción con solvente; "clean-up" con ácido sulfúrico concentrado; "clean-up" opcional con columna de sílica gel, si hay PCBs.	GC/ECD	Sin datos	94.1 (suero); 93.3(sangre completa)	Waliszewski y Szymezynski 1991
Sangre completa	Homogeización; centrifugación; filtrado; redissolver residuo seco en hexano; "clean-up" en columna de Florisil.	Capilar GC/ECD; confirmación por capilar GC/MS	0.04 ng/g	80 (promedio)	Mes 1992
Sangre completa	Extracción con solvente.	GC/ECD; confirmación de metabolito por GC/MS	Sin datos	92 - 99 (promedio)	Stahr et al. 1980
Plasma	Extracción con solvente	GC/ECD	10 NG/ML	94.4	Caille et al. 1987
Tejido	Homogeización; extracción con solvente; "clean-up" en columna de Florisil.	GC/ECD	0.03 ppm (Hígado) 0.017 ppm (adiposo)	>95 (promedio)	Stein y Pittman 1979
Tejido	Homogenizado; extracción con solvente.	GC/ECD	0.001 ug/mg (tejido)	72.5 (Hígado); 81.3 (riñón)	Caille et al. 1987
Tejido adiposo	"Clean-up" por columna cromatográfica de Florisil y GPC.	GC/ECD; GC/MS	Sin datos	96	Macleod et al. 1982
Tejido adiposo	Disolución en hexano; "clean-up" en columna de Florisil	GC/ECD	Sin datos	89 - 92	EPA 1980e
Tejido adiposo	Extracción con solvente; "clean-up" por columna de Florisil cromatografía.	Capilar GC/ECD; Confirmación por GC/MS	0.24 ng/g	86 (promedio,	Mes 1992 todos los pesticidas)
Tejido adiposo	Se seca macerado de muestra; extracción del solvente; partición líquido-líquido; "clean-up" en columna de Florisil.	GC/ECD; confirmación por GC/MS	0.05-0.4 ppm	Sin datos	Kutz et al. 1985
Tejido adiposo	Se seca macerado de muestra; extracción de solvente; partición líquido-líquido; "clean-up" en columna de Florisil.	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Halt et al. 1986
Tejido adiposo	Disolución en hexano; "clean-up" en columna de Florisil.	GC/ECD	Sin datos	89-92.3	Watts et al.

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Tejido adiposo	Extracción con solvente; separación por GPC; "clean-up" en columna de Florisil.	Capilar GC/ECD; confirmación por GC/MS	1.8 ng/g (mirex); 1.9 ng/g (fotomirex)	96.1 - 106 (mirex) 93.9 - 106 (fotomirex)	LeBel y Williams 1986
Tejido adiposo	Homogeización; fraccionamiento Unitrex; "clean-up" por fraccionamiento en columna de sílica gel	GC/ECD	~0.02 ppm	55	Head y Burse 1987
Leche	Extracción Soxhlet; "clean-up" en columna de Florisil desactivada.	GC/MS; capilar GC/ECD; confirmación por GC/MS	0.05 ng/g (GC/ECD) 1 ng/g (GC/MS)	66 (promedio)	Bush et al. 1983a, 1983b
Leche	Extracción con solvente; adición de hexano; "clean-up" en columna de Florisil-ácido silico.	GC/MS; capilar GC/ECD; confirmación por GC/MS	~1 ppb	70 - 106 (todos los pesticidas)	Mes et al. 1986
Leche	Extracción con solvente; separación con GPC; "clean-up" con columna Florisil.	Columna dual capilar GC/ECD	0.5 ng/g (estimado)	100	Rahman et al. 1993
Leche	Homogeización ultrasónica; extracción con solvente; clean-up ultrasónica.	Capillary GC/MS-SIM	10 ug/kg	75 - 85 (todos los pesticidas)	Mussalo-Rauhamaa et al. 1993
Rat cerebro	Homogeización; "clean-up" en columna de fraccionamiento de Florisil.	GC/ECD	10 ng/ml	Sin datos	Bush y Barnard 1982
Heces	Homogeización; extracción con solvente; "clean-up" en columna de alúmina/Florisil	GC/ECD	Sin datos	Sin datos	Gibson et al. 1972

ECD= electron capture detection;
EPA= Environmental Protection Agency;
GC= gas chromatography;
GPC= gel permeation chromatography;
HRMS= high-resolución mass espectrometry;
MID= multiple ion detection;
MS= mass spectrometry;
SIM= selected ion monitoring

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE MIREX EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire	Recolección en filtro particulado y espuma de poliuretano; extracción Soxhlet; "clean-up" en columna de alúmina.	GC/ECD	0.1 ng/m ³ a	>95	Lewis et al. 1977
Aire interior	Recolección en filtro y PUF plug; extracción de solvente; "clean-up" opcional con columna de alúmina (ASTDM D 4861).	GC/ECD o capilar GC/ECD;	0.1 ug/m ³ a	90 - 110	ASTM 1991
Agua	Extracción con solvente	GC/MS (CI-SIM)	0.005 ppb	Sin datos	Hargesheimer 1984
Aguas de ríos	Extracción con hexano acoplado con digestión con ácido crómico.	Capilar GC/ECD	Sin datos	99.4 (mirex); 100.9 (fotomirex)	Driscoll et al 1991
Agua potable (aguas subterráneas)	Extracción con solvente; "clean-up" en columna de Florisil.	GC/ECD	10 ng/L	66.7	Syhu et al. 1978
Agua de mar, lluvia	Extracción con solvente	GC doble capilar/ detector doble (ECD,ELCD)	ILD: 84 pg/ul ECD; 11.5pg/ul (ELCD)	Sin datos	Durrell y Sauer 1990
Aguas residuales	Extracción con solvente; opcional "clean-up" con columna Florisil (EPA Método 617)	GC/ECD; confirmación por GC/MS	0.015 ug/L	89.1	EPA 1992 b
Sedimentos de lagos	Extracción ultrasónica con solvente; "clean-up" en columna de Florisil; separación de mirex y fotomirex desde PCBs usando columna de carbón-poliuretano.	GC/ECD	Sin datos < 0.05 ppm	99.9-100 (mirex) 95.1-99.1 (fotomirex)	Chau y Babjak 1979
Sedimento	Extracción con solvente; partición líquido-líquido; separación con GPC; "clean-up" en Florisil; polvo de cobre para remover sulfuros; nitración /columna de alúmina para remover los PCBs.	GC/ECD	> 10ppb	93 (mirex) 92 (fotomirex) (solvente standard)	Norstrom et al 1980a
Sedimento	Sonicación, extracción; partición líquido-líquido; "clean-up" con columna Florisil.	GC/ECD y capilar GC/MS	Sin datos	9836 (solvente standard por GC/MS)	Onuska et al. 1980
Sedimento	Solvente sonicación, extracción; separación con GPC.	capilar GC/ECD confirmación por GC/MS	0.002 ppb	90-95 %	Sergeant et al 1993

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Copépodos y mezcla de micro-crustáceos	Homogeización; extracción con solvente; "clean-up" con columna.	Dual capilar GC/dual detector (ECD, ELCD)	IDL: 8.4 pg/uL (ECD); 11.5 pg/uL (ELCD)	Sin datos	Durrell y Sauer 1990
Pez	Extracción Soxhlet de la muestra mezclada; "clean-up" y fraccionamiento en columna de Florisil.	GC/ECD	0.055 ppb	95.8-102	Quintanilla-Lopez et al 1992
Pez	Homogeización; extracción con solvente; "clean-up" en columna de Florisil	Capilar GC/MS	bajos pg	98.6 (solución standard)	Onuska et al. 1980
Pez	Extracción con solvente; separación con GPC; "clean-up" con columna Florisil.	GC/MS	0.1-2 ng/g	Sin datos	Hellou et al. 1993
Pez	Homogeización; extracción Soxhlet; separación GPC, "clean-up" con columna Florisil.	Columna dual GC/ECD	0.5 ng/g (estimado)	100	Rahman et al. 1993
Huevos de arenque y gaviota	Extracción con solvente; clean-up; separación desde PCBs por nitración/ columna de alúmina.	GC/ECD; confirmación por GC/MS capilar	Sin datos	95 (mirex) 94-100 (productos de degradación, excepto 5, 10-dihidromirex)	Norstrom et al. 1980b
Fruta y vegetales	Extracción y "clean-up" con Florisil (Método AOAC).	GC/ECD	Sin datos	95.5 (manzanas); 103 (coliflor)	Krause 1973
Pimienta verde	Extracción con solvente; separación con GPC	GC/MSD	Sin datos	Sin datos	Stan 1989
Grasa de pollos	Licuificación; "clean-up" en GPC	GC/ECD	<0.5 ppm	90	Ault y Spurgeon 1984
Pez y grasa de mantequilla	Fraccionamiento en columna de Florisil desactivada; partición líquido-líquido; "clean-up" con columna Florisil activada.	GC/ECD	Sin datos	90.8 promedio (pez); 103.9 promedio (grasa de mantequilla)	Bong 1977
Alimentos no grasos	Homogeización	Capilar GC(MS)	0.5 ug/g (estimado)	89	Liao et al. 1991
Leche	Mezclar con agua y metanol; "clean-up" con SPE	GC/ECD capilar; confirmación usando segunda columna	0.7 ug/L	70 (promedio)	Manes et al. 1993

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Leche	Extracción con solvente; “clean-up” con columna de Florisil.	Capilar GC/ECD	- 1 ppb	99.3	De la Riva y Anadon 1991

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE DIOXINAS EN MUESTRAS BIOLÓGICAS

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suero humano (CDDs)	Adición de mezcla CDD/CDF marcada con ^{13}C a la muestra; extracción con $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, etanol, y hexano; lavado de la capa de hexano con agua destilada; reducción de volumen; “clean-up” con columna cromatográfica.	HRGC/HRMS (EI, NCI)	6-150 ppq	Sin datos	Patterson et al., 1989b (método CDC)
Suero humano (CDDs)	Adición de mezcla CDD/CDF marcada con ^{13}C a la muestra; extracción secuencial con adición de oxalato de potasio, éteretanol, y pentano; remoción y lavado de la capa de pentano; “clean-up” con columna cromatográfica.	HRGC/HRMS (EI, NCI)	6-150 ppq	Sin datos	Patterson et al., 1989b
Suero humano (2, 3, 7, 8-TCDDs)	Adición de $(^{13}\text{C})_2,3,7,8\text{-TCDD}$ a la muestra; extracción con $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, etanol, y hexano; remoción de la capa de hexano y lavado con H_2SO_4 y agua deionizada; reducción de volumen; “clean-up” con columna cromatográfica.	HRGC/HRMS (SIM)	5 ppq	90 - 113	Patterson et al., 1987a
Sangre (CDDs)	Adición de CDDs marcados con (^{13}C) - a 100 ml de la muestra seguido por adición de ácido fórmico, llevar a equilibrio y degasificación; pasar a través de C_{18} SPE, elución con hexano y reducción de volumen; fraccionamiento usando ácido benceno sulfónico SPE, sílica SPE, y Florisil; reducción de volumen.	HRGC/HRMS (SIM)	<0.005 ng/kg (0.005ppt)	70-80 at 50 ppq (41% para OCDD)	Chang et al., 1993
Plasma humano (CDDs)	Extracción con metanol/cloroformo, seguido por cloroformo/agua; remoción de la capa de cloroformo y lavado con agua; evaporación; redisolución en hexano; “clean-up” en sílica gel, elución con hexano; adición de tetradecano y evaporación; redisolución en hexano; separación en Carboxpack C/Celite 545, elución con tolueno; adición de tetradecano seguido por evaporación de solvente; redisolución en tolueno conteniendo standard interno marcado con ^{13}C .	HRGC/HRMS (SIM)	3-20 ppq	65-121 (TCDD) 64-435 (CDDs)	Nygren et al., 1988

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Orina de rata y heces (metabolitos de CDD)	Homogeización de muestras fecales con agua destilada; acidificación de ambas muestras (orina y heces) con H ₂ SO ₄ seguido por extracción con tolueno; centrifugación de la muestra fecal y remoción de la capa acuosa; remoción de agua desde extracto con MgSO ₄ seguido por evaporación del solvente; redisolución en acetona; metilación con yoduro de metilo /K ₂ CO ₃ ; centrifugación para remover exceso de K ₂ CO ₃ ; evaporación de acetona; redisolución en tolueno; reducción de volumen; "clean-up" en plato de sílica gel usando TLC; elución con tolueno; reducción de volumen.	GC/LRMS (EI/MIM)	Sin datos	Sin datos	Tulp y Hutzinger, 1978
Heces de rata (CDDs)	Molienda de la muestra con H ₂ SO ₄ ; Adición de mezcla CDD/CDF marcada con ¹³ C ₁₂ ; Extracción Soxhlet con tolueno; reducción de volumen; "clean-up" en alúmina B Super, elución con hexano; evaporación de solvente; redisolución en benceno	HRGC/LRMS (EI/MIM)	Sin datos	75 - 95 (TCCDD) >60 (CDD)	Abraham et al., 1989a
Heces humanas (2, 3, 7, 8 -TCCD)	Adición de (3H)2,3,7,8-TCCD a la muestra; digestión con H ₂ SO ₄ ; Extracción con hexano; "clean-up" secuencial en sílica gel, alúmina, y Carboxipack C/Celite; adición de tribromobifenil.	HRGC/LRMS (EI/MIM)	0.08-0.1 ppt	59 - 82	Wendling et al., 1990
Tejido adiposo humano (CDDs)	Adición de (3C)2,3,7,8-TCCD a la muestra; hidrólisis con KOH, etanol, y calor; extracción con éter de petróleo; lavado de la capa orgánica con agua y H ₂ SO ₄ ; reducción de volumen; "clean-up" en sílica gel; elución con hexano; "clean-up" en alúmina; elución con CH ₂ Cl ₂ ; reducción de volumen; redisolución en tridecano.	HRGC/LRMS (EI/MIM)	10 ppt	Sin datos	Schechter et al., 1985b

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Tejido adiposo humano (CDDs)	Adición de standards marcados con isótopos a la muestra; homogeización y extracción con CH ₂ Cl ₂ ; "clean-up" con cromatografía de infiltración de gel; "clean-up" y fraccionamiento en Carbopak C/Celite o Florisil/AMOCO PX-21	HRGC/LRMS (EI/MIM)	1 ppb	50 - 90	Stanley 1986 (método EPA)
Tejido adiposo humano (CDDs)	"Clean-up" de la muestra en sílicato de potasio/columna de sílica gel, elución con ciclohexano/ CH ₂ Cl ₂ ; "clean-up" secuencial en columna de sílicato de potasio en tandem con columna de alúmina, elución con hexano seguido por CH ₂ Cl ₂ en hexano.	HRGC/LRMS (EI/MIM)	Sin datos	Sin datos	Nygren <i>et al.</i> , 1988
Adiposa humana	Adición de standards marcados con ¹³ C- al tejido seguido por extracción con diclorometano, lavado ácido-base, intercambio de solvente, tratamiento con sílica gel impregnado con ácido sulfúrico, columna cromatografía usando sílica gel ácida, neutral alúmina, y carbono activo; adición de ¹³ C- standards marcado	HRGC/LRMS (EPA método 8290)	1 ppt	Sin datos	EPA 1994c
Pulmón, hígado, riñón, y tejido adiposo humanos (CDDs)	Homogeización de la muestra; saponificación con KOH/etanol; lavado con H ₂ SO ₄ y agua; extracción con hexano /acetonitrilo; "clean-up" en columna de alúmina, elución con hexano/CH ₂ Cl ₂ ; adición de (13C)1,2,3,4-TCDD.	HRGC/LRMS (SIM)	10 ppt	35-115	Takizawa y Muto, 1987
Hígado, riñón y tejido adiposo humano (CDDs)	Homogeización of tejido; extracción con acetona/hexano, remoción de la grasa con H ₂ SO ₄ ; "clean-up" en Florisil y carbón activado.	HRGC/MS/MS (CI)	2 ppt	Sin datos	Ryan <i>et al.</i> , 1987a
Tejido adiposo humano	Homogeización del tejido; extracción en columna vía elución con ciclohexano / CH ₂ Cl ₂ ; "clean-up" con hexano y H ₂ SO ₄ ; re-extracción con pentano/ciclohexano; "clean-up" en columna de alúmina, Florisil, y sílica:carbón.	HRGC/MS	0.2 ppb	86-100	Wagner <i>et al.</i> , 1991

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Hígado de rata y tejido adiposo; fetos de rata (CDDs)	Molienda de la muestra con Na ₂ SO ₄ ; adición de (¹³ C) 1,2,3,4-TCDD y OCDD; extracción Soxhlet con tolueno; reducción de volumen; adición de hexano; “clean-up” con columna cromatográfica	HRGC/LRMS (SIM)	Sin datos	Sin datos	Van den Berg <i>et al.</i> , 1987b
Hígado de rata, tejido (CDDs)	Molienda de la muestra con Na ₂ SO ₄ ; adición de (¹³ C) 1,2,3,4-TCDD y OCDD; extracción Soxhlet con tolueno; reducción de volumen; adición de hexano; “clean-up” con columna cromatográfica.	HRGC/LRMS (EI/SIM)	100-250 pg	Sin datos	Van den Berg <i>et al.</i> , 1989
Leche materna (CDDs)	Centrifugación de la muestra para separar fracciones acuosas y lipídicas; mezclado de la capa lipídica con Na ₂ SO ₄ y lavado con hexano; adición de (¹³ C) 1,2,3,4-OCDD; batir con H ₂ SO ₄ y sílica; filtración y recolección de la capa de hexano; adición de nonano y reducción de volumen; “clean-up” en columnas Super-Macro TM , Macro TM , y High Aspect TM ; fraccionamiento en columna Zorbax TM octadecilsulfato usando HPLC.	HRGC/LRMS (SIM)	0.05-50 ppt	Sin datos	Van den Berg <i>et al.</i> , 1986b
Leche materna (CDDs)	Mezclado de la muestra con ácido fórmico y Lipidex 5000; transferir mezcla de gel a la columna y elución con acetonitrilo, evaporación del solvente; redisolución en hexano; “clean-up” en óxido de aluminio columna, elución con hexano; “clean-up” en sílica gel, elución con hexano; “clean-up” en óxido de aluminio, elución con CH ₂ Cl ₂ en hexano, reducción de volumen.	HRGC/HRMS (SIM)	Sin datos	79-91	Noren y Sjoevall 1987

CDD = chlorinated dibenzo-*p*-dioxin;

EI = electron impact;

HRGC = high-resolución gas chromatography;

KOH = potassium hydroxide;

MS = mass spectrometry;

OCCD = 1,2,3,4,5,6,7,8-

ppt = parts per trillion;

CDF = chlorinated dibenzofuran;

GC = gas chromatography;

HRMS = high-resolución mass spectrometry;

LRMS = low-resolución mass spectrometry;

Na₂SO₄ = sodium sulfate;OCCD = octachlorodibenzo-*p*-dioxin;

SIM = selective ion monitoring; 2,3,7,8-

CH₂Cl₂ = diclorometano (diclorometano);

HPLC = high-performance liquid chromatography;

H₂SO₄ = sulfuric acid;MgSO₄ = magnesium sulfate;

NCI = negative chemical ionization;

ppb = parts per billion;

TCDD = tetrachlorodibenzo-*p*-dioxin;

CI = chemical ionization;

K₂CO₃ = potassium carbonate;

MIM = multiple ion monitoring;

(NH₄)₂SO₄ = ammonium sulfate;

ppq = parts per quadrillion;

TLC = thinlayer chromatography

MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE DIOXINAS EN MUESTRAS AMBIENTALES

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire (2,3,7,8-TCDD)	Recolección de la muestra en filtros de fibra de vidrio / cartdridge de espuma de poliuretano; Adición de (³⁷ Cl ₄) ₂ ,3,7,8-TCDD y (¹³ C ₁₂) ₂ ,3,7,8-TCDD; extracción Soxhlet con CH ₂ Cl ₂ ; “clean-up” con ácido/base secuencialmente en sílica gel, sílica gel modificada, alúmina, y carbón.	HRGC/LR MS	Sin datos 0.02 pg/m ³	91-112 74-112	Harless et al., 1992 Fairless et al., 1987
Aire (CDDs)	Retirada de aproximadamente 325 m ³ de aire a través filtro de fibra de cuarzo/espuma de poliuretano; extracción Soxhlet con benceno, reducción de volumen; “clean-up” usando sílica, alúmina, carbón activo; reducción de volumen; adición de (¹³ C ₁₂) ₂ ,3,7,8-TCDD	HRGC/HR MS; MID (EPA TO-9)	1-5 pg/m ³	68-140 desde ultrapure, filtrado Aire	EPA 1988g
Aire (CDDs)	Recolección de la muestra hacia filtros de fibra de vidrio/ cartdridge de espuma de poliuretano; adición de standard interno; extracción Soxhlet con tolueno; reducción de volumen; “clean-up” y fraccionamiento en Florisil, elución con tolueno/dietiléter, evaporación y redisolución en ciclohexano; “clean-up” en sílica gel modificado usando HPLC y hexano/dietiléter; reducción de volumen.	HRGC/LRMS (EI/SIM) HRGC/LRMS (NCI/SIM)	0.1-1 pg/m ³ 0.2-3 pg/inj (0.01-0.1 pg/m ³)	80 - 122 86 - 102	Oehme et al., 1986
Aire (CDDs)	Recolección de la muestra en filtro de fibra de cuarzo / plug de espuma de poliuretano; extracción Soxhlet con acetona; “clean-up” con hexano y ácido sulfúrico seguido por sílica gel y columna de alúmina.	HRGC/MS (SIM)	0.5 pg/m ³	70 - 90	Kuwata et al., 1993

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Aire (CDDs)	Recolección de la muestra en filtros de fibra de vidrio/ cartridge XAD-2 con adición de mezcla de CDD marcado con $^{13}\text{C}_{12}$; extracción Soxhlet con tolueno y tetradecano; evaporación y redisolución en hexano; "clean-up" en sílica, elución con hexano; evaporación y redisolución en hexano; "clean-up" en Carbopack C/Celite 545, elución con tolueno.	HRGC/LRMS (EI)	0.01-0.05 pg/m ³	<5	Rappe et al., 1988
Standards	Revestimiento de fuentes de plato de microtiter con conjugado de TrCDD-hapten -proteína; bloqueando con ovalbúmina; solubilización de CDD u otro compuesto testeado en BSA usando ultrasonificación; aplicación de test de compuesto a las fuentes del plato de microtiter; adición de anticuerpo hibidoma e incubación; lavado con Tween 20/agua; adición de revestimiento de conjugado peróxidas anti-ratón antisuero; adición de ácido 2,2-azino-di-3-etil benzatazolina sulfónico.	ELISA/UV	0.5 ng	Sin datos	Stanker et al., 1987
Agua potable (CDDs)	Adición de standard internos de CDD marcado con ^{13}C -; extracción con solvente orgánico; reducción de volumen; "clean-up" en múltiples columnas de sílicagel/sílica básica/sílica ácida, AgNO ₃ -sílica/alúmina básica, y HPLC.	HRGC/LRMS (SIM); HRGC/MS/MS (SIM)	Sin datos	Sin datos	McCurvin et al., 1989
Agua potable (CDDs)	Filtración de la muestra y recolección de CDDs en Separalyte cartridge usando HPLC, elución desde cartridge con acetona; intercambio de solvente con hexano; remoción de agua usando Na ₂ SO ₄ ; concentración e intercambio con benceno; extracción Soxhlet de filtros con benceno y adición al extracto del cartridge; reducción de volumen; "clean-up" secuencial en alúmina ácida, carbón grafitizado en Celite 545, y columna de alúmina neutral.	HRGC/LRMS (SIM)	0.5-1.1 ppq	86 - 124	O'Keefe et al., 1986

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Neblina (agua y partículas) (CDDs)	Recolección de la muestra en colector de pantalla de Teflón; extracción con CH ₂ Cl ₂ ; evaporación de solvente y redisolución en hexano; “clean-up” en columna de sílica gel, elución con CH ₂ Cl ₂ ; reducción de volumen; adición de standards CDD/CDF marcado con ¹³ C	HRGC/HRMS (MIM)	Sin datos	Sin datos	Czuczwa et al., 1989
Lixiviado de suelos (extracto de aceite y capa inferior) (CDDs)	Homogeización de la muestra de aceite y disolución en benceno; Adición de standards de CDD marcado con ¹³ C; homogeización de muestra inferior y disolución en tolueno; adición de standards de CDD marcado con ¹³ C seguido por reflujo y filtración; reducción de volumen y adición de benceno; para ambos tipos de muestra, “clean-up” en columna alúmina/Na ₂ SO ₄ , elución con hexano/CH ₂ Cl ₂ ; reducción de volumen; “clean-up” en columna de sílica gel / H ₂ SO ₄ / Na ₂ SO ₄ , elución con hexano; reducción de volumen; “clean-up” en columna Bio-Beads S-X3, elución con ciclohexano / etilacetato; evaporación de solvente; redisolución en benceno; “clean-up” en columna alúmina/ Na ₂ SO ₄ , elución con hexano/CH ₂ Cl ₂ ; adición de (¹³ C ₆)1,2,3,4-TCDD; reducción de volumen.	HRGC/LRMS (MIM)	0.02 ppb	60 - 80	Först et al., 1988
Aguas subterráneas, suelo, sedimento (HxCDD, HpCDD, OCDD)	Extracción de suelo y muestras de sedimento con Na ₂ SO ₄ /acetonitrilo/ CH ₂ Cl ₂ ; centrifugación; remoción de supernadante orgánico filtración hacia vial de muestra; extracción de muestras de agua con CH ₂ Cl ₂ ; lavado con KOH y remoción de agua con Na ₂ SO ₄ ; reducción de volumen.	HRGC/LRMS (CI/SIM); HRGC/MS/MS	Sin datos Sin datos	Sin datos	Pereira et al., 1985

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
	Mezclado de sedimento con Na ₂ SO ₄ , secado en homo por la noche, y extracción Soxhlet con hexano:acetona (1:1) por 16 horas; lavado del extracto con NaCl saturado, reducción de volumen de solvente, remoción de sulfuro, "clean-up" con columna, intercambio de solvente a DMSO; extracción de agua con hexano e intercambio de solvente a DMSO.	Chemical-Activated Luciferase Gene Expression (CALUX)	<1 pM por pozo (<0.5 fmol/pozo; 32 fg/pozo)	Sin datos	Murk et al., 1996
Agua, suelo (equivalentes de 2,3,7,8-TCDD)	Detalles para la muestra no fueron reportados por los autores	Ensayo de inducción de enzimas (EROD)	62.5 pg/L	Sin datos	Schuman y Hunter 1988
Agua, suelo, sedimento, ceniza volante, aceite combustible, lodos, fondos tranquilos, pez, adiposo	Adición de standards marcados con ¹³ C- seguido por extracción con solvente (método de extracción depende de la matriz), lavado, tratamiento ácido-base, intercambio de solvente, y "clean-up" usando alúmina, sílica gel, y carbono activo, adición de standards internos marcados con ¹³ C-.	HRGC/HRMS (MIM); (EPA Método 8290)	10 ppq para Agua a 1 ppq para otras matrices (dependiendo de la complejidad)	Sin datos	EPA, 1994c
Suelo, sedimento (CDDs)	Adición de standards internos isotópicamente marcados a la muestra; adición de Na ₂ SO ₄ y extracción con hexano/metanol o extracción Soxhlet con tolueno; "clean-up" usando columna cromatográfica si se necesita; reducción de volumen	HRGC/MS (EI/SIM)	Sin datos	Sin datos	Eschenroeder et al., 1986
Suelo, sedimento (2,3,7,8-TCDD)	Extracción Soxhlet de la muestra; reducción de volumen; "clean-up" en sílica básica / sílica ácida /alúmina, elución con CH ₂ Cl ₂ en hexano; análisis, "clean-up" en sílica de nitrato de plata o alumina específica para 2,3,7,8-TCDD-, elución con CH ₂ Cl ₂ en hexano; análisis; repetición de "clean-up" o extracción si se necesita.	HRGC/LRMS (SIM); HRGC/MS/MS (SIM)	1 ng/g < 1ng/g	40 - 90 57 - 102	Simon et al., 1989

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Suelo, sedimento (CDDs)	Mezclado de Na ₂ SO ₄ y muestra; elución con acetona / etilacetate / CH ₂ Cl ₂ ; evaporación y redisolución en hexano	HRGC/ECD	Sin datos	92 - 100	Jasinski, 1989
Suelo (CDDs)	Tamizar la muestra; adición de (¹³ C ₁₂) 2,3,7,8-TCDD y (¹³ C ₁₂)1,2,3,4,6,7,8, -HpCDD; extracción Soxhlet con hexano/acetona; remoción de la capa orgánica y "clean-up" en Na ₂ SO ₄ / H ₂ SO ₄ / sílica / NaHCO ₃ ; reducción de volumen del eluido y "clean-up" en Florisil, elución con CH ₂ Cl ₂ ; reducción de volumen; adición de dodecano y hexano; "clean-up" en columna de grafito poroso usando HPLC y elución con hexano; adición de dodecano y reducción de volumen.	HRGC/MS (SIM)	1ng/kg	53 - 86	Creaser y Al-Haddad, 1989
Suelo (CDDs)	Extracción Soxhlet con tolueno; adición de (¹³ C ₁₂)OCDD; reducción de volumen; "clean-up" en sílica y columna de alúminas.	GC/MS/MS GC/LRMS GC/HRMS	2 - 38 pg 5 - 20 pg 1 - 5 pg	Sin datos	Bobbie et al., 1989
Suelo (desde sitio con residuos peligrosos) (CDDs)	Adición de (¹³ C)-2,3,7,8-TCDF y OCDD y (³⁷ Cl)2,3,7,8-TCDD; extracción y "clean-up" usando columna cromatográfica.	HRGC/LRMS (EI/SIM)	Sin datos	Sin datos	Stalling et al., 1986
Suelo, ceniza volante, alfarería en arcilla, fondos tranquilos, lodos (CDDs)	Adición de (¹³ C ₁₂)2,3,7,8-TCDD a la muestra, extracción como en método EPA 8280; si es muestra de suelo, adición de Na ₂ SO ₄ y extracción con éter de petróleo y metanol; filtración de extracto de muestra de suelo a concentrador Kuderna-Danish y adición de éter de petróleo; reducción de volumen, adición de hexano, y reducción de volumen otra vez; lavado de todos los extractos (suelo, residuos químicos, etc.) secuencialmente con KOH, agua destilada, H ₂ SO ₄ , y agua destilada;	HRGC/LRMS (SIM) HRGC/ECD	3 ng/g (muestras sólidas); 3 ng/L (muestras líquidas) Sin datos	60-96 (suelo); 62-90 (alfarería en arcilla); 64-104 (fondos inmóviles) 40-106 (alfarería en arcilla)	Donnelly et al., 1986 (EPA método 8280 modificado)

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
	"clean-up" en alúmina, elución con CH ₂ Cl ₂ en hexano; reducción de volumen, adición de isooctano durante evaporación; justo antes del análisis, dilución con isooctano o tridecano; si "clean-up" extra es necesario, usar HPLC.				
Suelo, agua, fondos tranquilos, aceite combustibles, lodos, ceniza volante, residuos de reactor (CDDs, CDFs)	Adición de (¹³ C ₁₂)CDDs y (¹³ C ₁₂)CDFs seguido por extracción (específico por matriz); lavado con 20% KOH, 5% NaCl, ácido sulfúrico concentrado, 5% NaCl, remoción de agua, intercambio de solvente, y fraccionamiento en alúmina; recolección de la fracción eluida por 60% diclorometano/hexano; "clean-up" en columna carbono; adición de (¹³ C ₁₂)1,2,3,4-TCDD.	HRGC/LRMS; MID (EPA 8280)	2 ppb (suelos), 10 ppb (otros residuos sólidos), 10 ppt (Agua)	54-125 (depende de la matrix, isómero)	EPA, 1986k
Agua, suelo, sedimento, lodos, pez, tejidos (tetra-a través octaCDDs y CDFs)	Adición de 15 análogos de ¹³ C 2,3,7,8-CDDs/CDFs a la muestra; filtración, homogeización, digestión ácida (dependiendo de la matriz) seguido por SPE para muestras de agua y extracción líquido/líquido para otros; adición de (¹³ C ₁₄)2,3,7,8-TCDD y "clean-up" usando extracción de apoyo con ácido y/o base, infiltración gel, alúmina, sílica gel, Florisil, y carbono activo, dependiendo de la matriz; reducción de volumen; adición de standard interno.	HRGC/HRMS (EPA 1613)	4 ppq para 2,3,7,8-TCDD en agua: 1 ppt en sólidos	25 - 164	EPA, 1994a
Alimentos (CDDs)	Homogeización de la muestra; saponificación con KOH/etanol; lavado con H ₂ SO ₄ y agua; extracción con hexano/acetronitrilo "clean-up" en columna de alúmina, elución con hexano/CH ₂ Cl ₂ ; adición de (¹³ C)1,2,3,4-TCDD.	HRGC/LRMS (SIM)	10 ppt	35 - 115	Takizawa y Muto, 1987

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Alimentos (CDDs)	Homogeización de la muestra, adición de 1,3,7,8-TCDD, y digestión con solución KOH/etanol; extracción con hexano; lavado de la fase orgánica con agua y H ₂ SO ₄ ; "clean-up" en columna de sílica ácida /columna de Florisil, elución con hexano seguido por CH ₂ Cl ₂ ; evaporación y redisolución en acetonitrilo-CH ₂ Cl ₂ : "clean-up" usando HPLC	HRGC/ECD	Sin datos	85 - 106	Jasinski 1989
Grasas de carne CDDs, CDFs)	Adición de 15 análogos de ¹³ C 2,3,1,8-CDDs/CDFs a la muestra; filtración, homogeización, digestión ácida (dependiendo de la matriz) seguido por SPE para muestras de agua y extracción líquido/líquido para otros; adición de ³⁷ C ₄ -2,3,7,8-TCDD y "clean-up" usando extracción de apoyo con ácido y/o base, infiltración de gel, BioSil, PX-21 carbono; reducción de volumen; adición de standard interno.	HRGC/HRMS (modificación de EPA 1613)	0.05 ppt (wt:wt) para TCDD	56 - 96 (+/-20%)	Ferrario et al. 1996
Tejido de cangrejo (CDDs, CDFs)	Adición de standards marcados con ¹³ C-, digestión con 30% KOH etanólico; extracción con hexano; lavado con ácido sulfúrico; columna cromatográfica usando sílica gel. alúmina neutral, carbono activo/sílica; reducción de volumen.	HRGC/HRMS(MID)	3 - 15 ppt	40 - 110	Caí et al. 1994
Pez (CDDs, CDFs)	Mezclar la muestra con sulfato de sodio anhidro, Adición de standards marcados con ¹³ C- seguido por extracción Soxhlet con hexano/diclorometano (1:1); reducción de volumen e intercambio de solvente a isooctano; columna cromatográfica de sílica gel/silicato de potasio/sulfato de sodio/celite/ácido sulfúrico/sulfato de sodio; reducción de volumen e intercambio de solvente	HRGC/HRMS(MID)	1 ppt (2,3,7,8- TCDD)	94 - 109	Marquis et al. 1994

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
	a isooctano; "clean-up" usando Florisil, carbon/sílica; reducción de volumen y adición de standard interno.				
Tejido de peces (CDDs)	Homogeización de la muestra; digestión con HCl; Extracción con hexano; "clean-up" en columna de vidrio conteniendo H ₂ SO ₄ ; adición de [¹³ Cl ₂]2,3,7,8-TCDD, [¹³ Cl ₂]OCDD, y 2,3,7,8-TCDD; reducción de volumen; "clean-up" en sílica y columna de alúminas; "clean-up" con HPLC.	HRGC/MS/MS HRGC/LRMS HRGC/HRMS	2 - 38 pg 5 - 20 pg 1 - 5 pg	85 - 12,500 105 - 110 ND-95	Bobbie et al. 1989
Pez (equivalentes de 2,3,7,8-TCDD)	Homogeización de la muestra; digestión con HCl; extracción con pentano; filtración del extracto de pentano a través Na ₂ SO ₄ ; evaporación; redisolución con pentano/tolueno y lavado con H ₂ SO ₄ ; remoción de la capa orgánica y "clean-up" en columna de Na ₂ SO ₄ /sílica básica. Gel/sílica gel acido, elución con pentano; evaporación y redisolución en pentano; "clean-up" en columna. Carbopak C/Celite 545, elución con tolueno; evaporación y redisolución en DMSO; adición a células.	Ensayos de inducción de enzimas (EROD y AHH)	Sin datos	Sin datos	Zacharewski et al. 1989
Arenque, huevos de gaviota (CDDs)	Homogeización de la muestra y extracción; "clean-up" en Biobeads SX-3 usando cromatografía de infiltración de gel, elución con CH ₂ Cl ₂ /hexano; "clean-up" por columna cromatográfica secuencial de Carbón, Florisil, y alúmina.	HRGC/LRMS (EI/SIM)	10 pg/g	Sin datos	Stalling et al. 1986
Pez, aves, focas (CDDs)	No hay detalles de los métodos; extracción y "clean-up" en sílica, Sílica modificada, y se usaron columna de alúminas; se añaden standards internos.	HRGC/LRMS (EI/SIM) HRGC/LRMS (NCI/SIM)	1- 50 pg 0.01-0.1 pg	Sin datos	Buser et al. 1985

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Muestras destruidas y líquidas desde aceites pirolizados de transformadores (CDDs)	Extracción con solvente orgánico y lavado de la capa orgánica secuencialmente con base y ácido; separación en sílica neutra gel; "clean-up" y fraccionamiento por carbón/columna de sílica.	HRGC/LRMS	Sin datos	83 - 134 (wipe); 19 - 70 (liquid)	Hardin et al. 1989
Wipe y liquid muestras desde pyrolyzed transformer oil (CDDs)	Extracción con solvente orgánico; clean-up en columna de sílica neutra/ sílica básica/ácida sílica; "clean-up" y fraccionamiento por cromatografía secuencial en alúmina básica, carbono/ sílica gel, y columnas Sepralyte	HRGC/HRMS	Sin datos	58 - 151 (wipe) 51-136 (liquid)	Hardin et al. 1989 (ASME método)
Efluentes de residuos líquidos y gaseosos (CDDs)	Recolección de muestras gaseosas en cartridge XAD-2 seguido por extracción Soxhlet con benceno; adición de standards internos a las muestras líquidas; "clean-up" y fraccionamiento secuencial en columnas gel de sílica básica / gel de sílica neutra / gel de sílice ácido y columna de alúmina; adición de [³⁷ CL ₄]2,3,7,8-TCDD	HRGC/HRMS (MIM)	1 - 7.8 pg/m ³ (gases); Sin datos (líquidos)	94 - 101 (gases); Sin datos (líquidos)	Cooke et al. 1988
PCP (CDDs)	Fraccionamiento de la muestra en columna Na ₂ SO ₄ /alúmina neutral, elución con benceno y en alúmina básica, elución con CH ₂ Cl ₂ -hexano; evaporación y redisolución en tolueno.	GC/LRMS GC/HRMS	Sin datos Sin datos	>90 >90	Singh et al. 1985
Polvo y muestras limpias (HpCDO y OCDO)	Recolección de muestras limpias con paño remojado en ciclohexano; extracción con hexano; recolección del polvo en vials seguido por homogeneización y extracción Soxhlet con hexano; evaporación a secado y redisolución en hexano; adición de KOH a ambos tipos de muestra seguido por centrifugación; remoción de fase acuosa y lavado de la capa orgánica con agua desionizada;	HRGC/ECD	0.2 - -4 IlgIm ²	61 - 90	Korfmacher et al. 1985

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
	remoción de agua usando columna de Na ₂ SO ₄ , elución con hexano; evaporación de la muestra y redisolución en ciclohexano/CH ₂ Cl ₂ ; "clean-up" en columna de carbono activo/sílica usando HPLC, elución con CH ₂ Cl ₂ / metanol / benceno y tolueno; evaporación y redisolución en hexano; remoción de alícuota de la muestra para ser analizada, evaporación, y redisolución en n-hexadecano				
Cigarrillos, humo y cenizas de cigarrillo (CDDs)	Recolección del humo en filtros de fibra de vidrio / espuma de poliuretano / XAD-II cartridges; lavado de las muestras de ceniza con H ₂ SO ₄ ; extracción Soxhlet de todas las muestras con benceno; reducción de volumen; adición de hexano y [¹³ C ₆]1,2,3,4-TCDD; lavado con H ₂ SO ₄ ; reducción de volumen, adición de hexano; "clean-up" en alúmina, elución con CH ₂ Cl ₂ en hexano; reducción de volumen; "clean-up" en Zolbax SIL, elución con hexano; reducción de volumen; adición de benceno.	HRGC/LRMS (SIM)	0.5 pg/g (ceniza de cigarrillos,); 0.22 ng/m ³ (humo)	Sin datos	Muto y Takizawa 1989
Emisiones de chimenea de incineradores; aire desde edificios contaminantes (CDDs)	Adición de TCDD marcado con ¹³ C- al tubo de recolección seguido por recolección de la muestra; adición de standards internos; extracción Soxhlet; "clean-up" y fraccionamiento secuencial en sílica ácida/silicato de potasio/ sílica gel, alúmina ácida, carbón, columna de alúminas neutral; reducción de volumen.		1 pg/m ³	Sin datos	Smith et al. 1986b

Matriz de muestra	Método de preparación	Método analítico	Límite de detección de la muestra	Porcentaje de recuperación	Referencia
Escape de auto (CDDs)	Adición de standards de CDD marcado con ^{13}C a resina XAD-2 de una muestra de lluvia EPA MM5; recolección de la muestra; extracción Soxhlet con tolueno; "clean-up" y fraccionamiento en sílica ácida y básica modificada; luego fraccionamiento en alúmina básica; "clean-up" en Carbono activo; evaporación y redisolución en isooctano.	HRGC/HRMS (EI, SIM)	Sin datos	36 - 165	Bingham et al. 1989