

## KONIK HPLC + HRGC K2 CROMATOGRAFIA MULTIDIMENSIONAL



**KONIK**  
KROM+MASS

HPLC+HRGC K2 System 1

## HPLC-HRGC, LA NUEVA DIMENSION

- Todo el potencial separativo (fraccionamiento) de la LC y HPLC
- Todo el potencial separativo de la HRGC
- Todo el potencial cuantitativo de la HRGC
- Todo el potencial de los detectores selectivos de HRGC
- Todo el potencial cualitativo combinado de la HPLC y HRGC. Retención relativa.

**KONIK**  
KROM+MASS

HPLC+HRGC K2 System 2

## MÉTODOS PREPARACIÓN MUESTRA

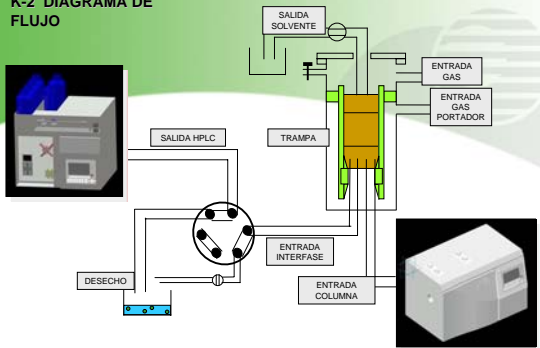
- Extracción Líquido-Líquido
- Extracción Soxhlet
- Cromatografía de columna
- Extracción por microondas
- Extracción en Fase Sólida (SPE)
- Extracción Fluido Supercrítico
- ...

- Solventes Orgánicos
- Tiempo (sobre 24 horas)
- Recuperaciones bajas
- Necesidad de usar Estándares Internos

**KONIK**  
KROM+MASS

HPLC+HRGC K2 System 3

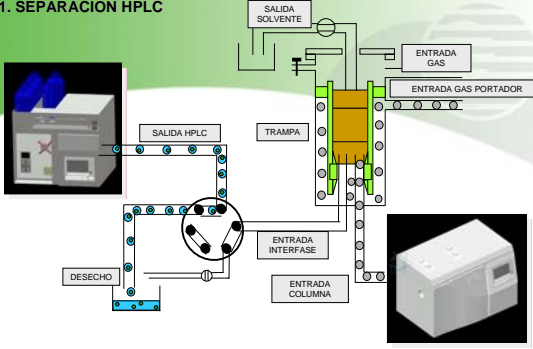
## K-2 DIAGRAMA DE FLUJO



**KONIK**  
KROM+MASS

HPLC+HRGC K2 System 4

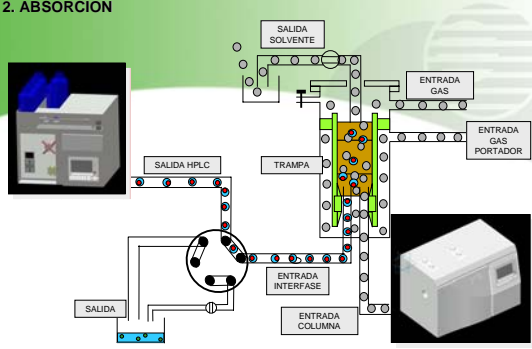
## 1. SEPARACIÓN HPLC



**KONIK**  
KROM+MASS

HPLC+HRGC K2 System 5

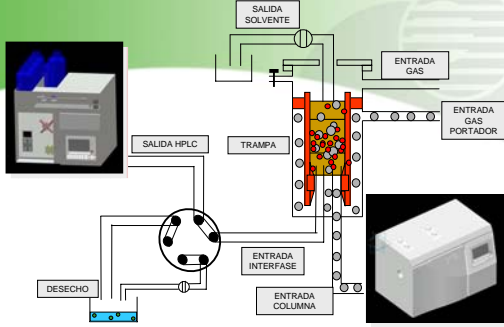
## 2. ABSORCIÓN



**KONIK**  
KROM+MASS

HPLC+HRGC K2 System 6

### 3. DESORCIÓN / ANÁLISIS HRGC



HPLC-HRGC K2 System 7



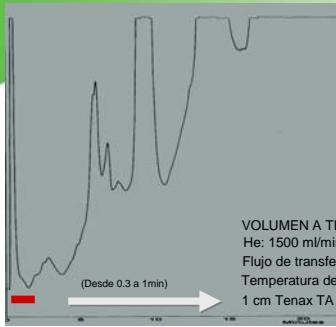
### HPLC-HRGC K2 APLICACIONES

- **PITTCOIN 01 (New Orleans):** REVERSED HPLC-HRGC COUPLING VIA A PATENTED THROUGH OVEN TRANSFER ADSORPTION DESORPTION (TOTAD®) INTERFACE . APPLICATION TO THE FAST, DIRECT AND RELIABLE ANALYSIS OF PESTICIDE RESIDUE IN OLIVE OIL.
- **PITTCOIN 2003 (Orlando):** REVERSED HPLC-HRGC COUPLING VIA A PATENTED THROUGH OVEN TRANSFER ADSORPTION DESORPTION (TOTAD®) INTERFACE . APPLICATION TO THE FAST, DIRECT AND RELIABLE ANALYSIS OF PETROLEUM FRACTIONS.

HPLC-HRGC K2 System 8



### RESIDUO DE PESTICIDAS EN ACEITE DE OLIVA-K2



**CONDICIONES HPLC**  
 Muestra: Aceite de oliva adicionado 1 µg/ml  
 Columna: C4 (50m x 4.6mm i.d.)  
 Flow: 2ml/min  
 MF: CH3OH/H2O (gradiente)  
 UV/VIS: 205nm

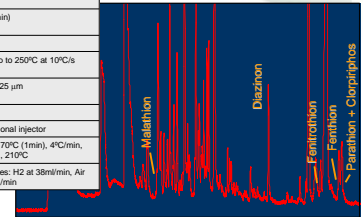
VOLUMEN A TRANSFERIR: 2800 µL  
 He: 1500 ml/min  
 Flujo de transferencia: 100 µL/min  
 Temperatura de la Interfase: 70°C  
 1 cm Tenax TA

HPLC-HRGC K2 System 9



### RESIDUO DE PESTICIDAS EN ACEITE DE OLIVA-K2

MUESTRA	Aceite de oliva adicionado 1µgm, inyección 20µl
HPLC CONDITIONS	Column: C4
	MF: CH <sub>3</sub> OH/H <sub>2</sub> O gradiente; limpieza: 100% IPA
	Flow: 2ml/min
TOTAD CONDITIONS	L.Vol.: 20µl
	Flow: 0.1ml/min (He: 1500ml/min)
	Abs.: 1cm TENAX TA
HRGC CONDITIONS	Temp: 70°C (adsorption); 100 up to 250°C at 10°C/s (desorption)
	Column: KAP-5, 30m, 0.32mm, 0.25 µm
	Carrier: Helium at 1.8ml/min
	Injector: 70°C, inj. Mode: conventional injector
	Oven: 40°C (1min), 20°C/min, 170°C (1min), 4°C/min, 190°C (10min), 10°C/min, 210°C
	Detector: FID, 250°C, detector gases: H <sub>2</sub> at 38ml/min, Air at 220ml/min, He at 25ml/min



HPLC-HRGC K2 System 10



### RESIDUO DE PESTICIDAS EN ACEITE DE OLIVA-K2

RSD (%) n=5

Pesticida	RSD Rt	RSD Area
Malathion	0.084	14.2
Diazinon	0.065	9.0
Fenitrothion	0.077	13.0
Fenthion	0.064	14.8
Parathion + Clorpirifos	0.054	11.6

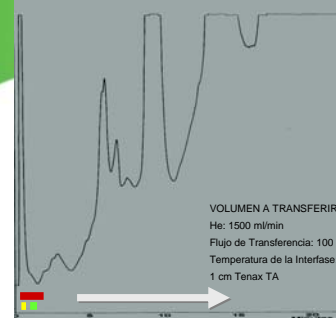
LÍMITES DE DETECCIÓN (ug/ml) (signal=5Noise)

Pesticida	DL (ug/ml)
Malathion	0.31
Diazinon	0.072
Fenitrothion	0.13
Fenthion	0.14
Parathion	0.35
Clorpirifos	0.41

HPLC-HRGC K2 System 11



### RESIDUO DE PESTICIDAS EN ACEITE DE OLIVA-K2



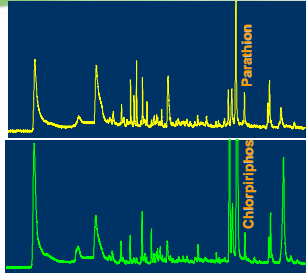
**CONDICIONES HPLC:**  
 Muestra: Aceite de oliva adicionado 1 µg/ml  
 Columna: C4 (50m x 4.6mm i.d.)  
 Flow: 2ml/min  
 MF: CH3OH/H2O (gradiente)  
 UV/VIS: 205nm

VOLUMEN A TRANSFERIR: 600 µL (parathion – amarilla); 1300 µL (clorpirifos (verde))  
 He: 1500 ml/min  
 Flujo de Transferencia: 100 µL/min  
 Temperatura de la Interfase: 70°C  
 1 cm Tenax TA

HPLC-HRGC K2 System 12



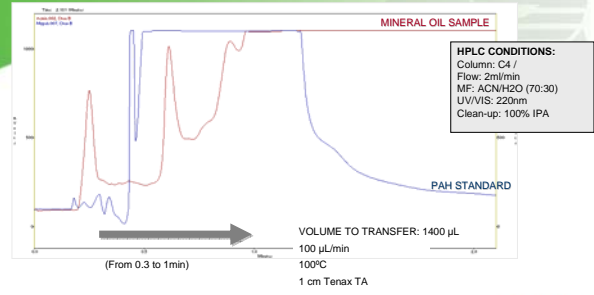
### RESIDUO DE PESTICIDAS EN ACEITE DE OLIVA-K2



HPLC-HRGC K2 System 13



### ANÁLISIS PAH EN ACEITE MINERAL (HPLC-HRGC K2)

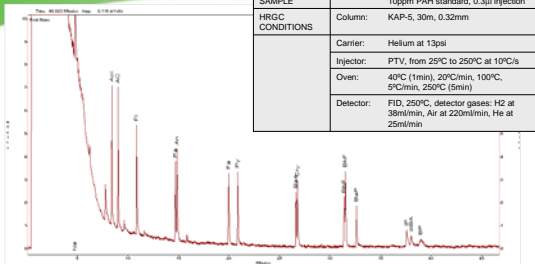


HPLC-HRGC K2 System 14



### ANÁLISIS PAH EN ACEITE MINERAL (HPLC-HRGC K2)

#### ESTÁNDAR PAH



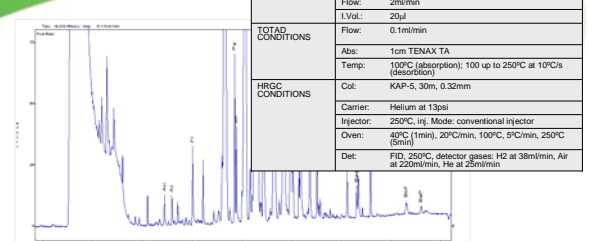
SAMPLE	10ppm PAH standard, 0.3µl injection
HRGC CONDITIONS	Column: KAP-5, 30m, 0.32mm
	Carrier: Helium at 13psi
	Injector: PTV, from 25°C to 250°C at 10°C/s
	Oven: 40°C (1min), 20°C/min, 100°C, 5°C/min, 250°C (5min)
	Detector: FID, 250°C, detector gases: H2 at 38ml/min, Air at 220ml/min, He at 25ml/min

HPLC-HRGC K2 System 15



### ANÁLISIS PAH EN ACEITE MINERAL (HPLC-HRGC K2)

#### ACEITE MINERAL ADICIONADO



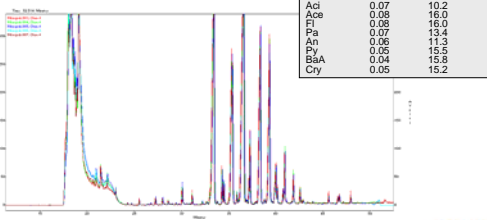
SAMPLE	Mineral oil 10ppm PAH applied, 20µl injection
HPLC CONDITIONS	Col: C4
	MF: 70:30 ACN/H <sub>2</sub> O, clean-up: 100% IPA
	Flow: 2ml/min
	LVol: 20µl
TOTAD CONDITIONS	Flow: 0.1ml/min
	Abs: 1cm TENAX TA
	Temp: 100°C (absorption); 100 up to 250°C at 10°C/s (desorption)
HRGC CONDITIONS	Col: KAP-5, 30m, 0.32mm
	Carrier: Helium at 13psi
	Injector: 250°C, inj. Mode: conventional injector
	Oven: 40°C (1min), 20°C/min, 100°C, 5°C/min, 250°C (5min)
	Det: FID, 250°C, detector gases: H2 at 38ml/min, Air at 220ml/min, He at 25ml/min

HPLC-HRGC K2 System 16



### ANÁLISIS PAH EN ACEITE MINERAL (HPLC-HRGC K2)

#### RSD (%) n=5



PAH	RSD Rt	RSD Area
Aci	0.07	10.2
Ace	0.08	16.0
Fl	0.08	16.0
Pa	0.07	13.4
An	0.06	11.3
Py	0.05	15.5
BaA	0.04	15.8
Cry	0.05	15.2

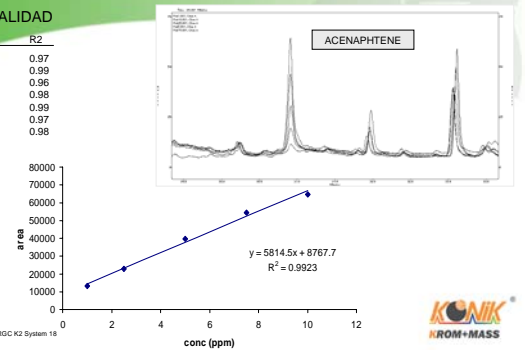
HPLC-HRGC K2 System 17



### ANÁLISIS PAH EN ACEITE MINERAL (HPLC-HRGC K2)

#### LINEALIDAD

PAH	R2
Aci	0.97
Ace	0.99
Fl	0.96
Pa	0.98
An	0.99
BaA	0.97
Cry	0.98



HPLC-HRGC K2 System 18



## ANÁLISIS PAH EN ACEITE MINERAL (HPLC-HRGC K2)

LÍMITES DE DETECCIÓN (ug/ml) (signal=5Noise)

PAH	DL (ug/ml)
Aci	0.27
Ace	0.29
Fl	0.20
Pa	0.05
An	0.12
BaA	0.22
Cry	0.19
BbF	0.47
BaP	0.70

HPLC-HRGC K2 System 19



## HPLC+HRGC K2

- Simplificación etapa preparación muestra
- Totalmente Automatizable
- Menor tiempo de análisis
- Menos consumo de disolventes
- Permite el ajuste de métodos analíticos y el desarrollo de nuevos métodos de forma ágil y sencilla
- Garantiza la integridad de la muestra, permite aumentar las recuperaciones y facilita la cuantificación
- Detección universal ó selectiva (mejora límites de detección)
- Confirmación cualitativa en rutina por doble tiempo de retención

HPLC-HRGC K2 System 20



## Análisis de un gran número de analitos en muestra complejas, combinación de:

- Cualquier columna de HPLC y HRGC
- Cualquier solvente de HPLC
- Cualquier trampa adsorbente

### Desarrollo de nuevos métodos:

- Alimentación: Pesticidas, Ácidos grasos, Esteroles, Alcoholes, Aromas, Vitaminas,...
- Análisis de Aguas y Medio Ambiente: Pesticidas, Detergentes, PCB,s, Dioxinas, BTX, ...
- Petróleo: Alifáticos, Aromáticos, Nafténicos, Poliolefinicos, ...PONA, PIANO.
- Metabolitos en Orina y Plasma: Farmacología y Química Clínica. Diagnóstico precoz.
- Productos Naturales: Aceites esenciales. Bioactivos.
- Toxicología: Higiene Industrial. Drogas de abuso.

HPLC-HRGC K2 System 21

