

MICROEXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA CON FIBRAS BASADAS EN CARBÓN ACTIVADO Y LÍQUIDOS IÓNICOS

Melissa Fuentes-Rangel^a, Marsela Garza-Tapia^a, Graciela Granados-Guzmán^a, Omar J. Portillo-Castillo^a, Abelardo Chávez-Montes^b, Rocío Castro-Ríos^{a*}

^aUniversidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Medicina, Depto. Química Analítica, Av. Madero s/n, Mitras Centro, Monterrey, NL, México.

^bUniversidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Biológicas, Depto. Química Analítica, Av. Pedro de Alba s/n, Cd. Universitaria, San Nicolás de los Garza, NL, México.

*rocio.castrors@uanl.edu.mx

Palabras clave: microextracción en fase sólida, carbón activado, líquidos iónico.

Introducción

La microextracción en fase sólida (SPME) es una técnica simple, eficiente, de bajo costo y amigable con el medio ambiente y el analista^{1,2}. Sin embargo, existe poca diversidad de recubrimientos adecuados para procesos de extracción por inmersión, lo que limita su aplicación sobre todo en el análisis de compuestos poco polares. El objetivo de este trabajo fue desarrollar una fibra para la extracción simultánea de compuestos de distinta polaridad en procesos de inmersión.

Metodología

Se desarrollaron distintos procedimientos de fabricación de fibras para SPME utilizando pipetas pasteur como soporte y pegamento UHU como adhesivo. Como fase extractante se evaluó el uso de carbón activado solo y en combinación con el líquido iónico tetrafluoroborato de 1-decil, 3-metilimidazolio (DMIM-BF₄). Para evaluar las fibras desarrolladas, se utilizaron como analitos modelo el metil, etil, propil y butilparabeno (log P 1.8-3). El desempeño se evaluó mediante la extracción de los analitos modelo a partir de soluciones acuosas. El análisis de los compuestos extraídos se realizó por cromatografía líquida con detección UV.

Resultados y discusión

Se evaluaron los porcentajes de recuperación de las fibras propuestas siendo mayores los de la fibra recubierta únicamente con carbón activado. Los parámetros optimizados en el proceso de fabricación fueron la proporción de pegamento-fase, la forma de aplicación y el tiempo y forma de secado. Además, se evalúa la homogeneidad del recubrimiento así como su durabilidad en procesos de inmersión para seleccionar las condiciones óptimas de fabricación.

Una vez seleccionada la fase extractante se optimizó el proceso de extracción de los parabenos, se estudió el efecto de la temperatura, tiempo, volumen de muestra y velocidad de agitación. En la etapa inicial se utilizó un diseño factorial fraccionado realizando un total de 16 experimentos por duplicado aleatoriamente, esto permitió establecer que la temperatura, velocidad de agitación y la interacción tiempo-velocidad son las variables que mayor impacto tienen sobre la eficiencia de la extracción. Las condiciones óptimas se establecieron empleando un método simplex resultado un tiempo de 35 minutos a 30 °C con una velocidad de 1000 rpm. Para la etapa desorción, las condiciones se establecieron por análisis univariante, considerando el contenido de metanol en la fase líquida, el volumen, así como el tiempo de desorción. Se realizaron un total de 8 experimentos por triplicado, esto permitió

establecer que el porcentaje de metanol en la mezcla de desorción y el volumen son las variables con mayor impacto sobre la eficiencia de la desorción. Sin embargo, estas no se pueden modificar debido a condiciones técnicas estas variables por lo que se mantuvieron como las originales.

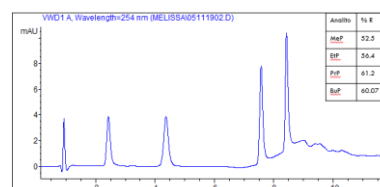


Figura 2. Recuperación de analitos

El método propuesto se evaluó mediante el análisis de muestras de agua adicionadas con los analitos modelo. Los porcentajes de recuperación aumentaron considerablemente en comparación con las condiciones iniciales aumentando de porcentajes de alrededor de 10% a 50-60% como se muestra en la figura 1.

Conclusiones

Las fibras desarrolladas basadas en carbón activado mostraron buena afinidad hacia los analitos modelo, la optimización del método llevo a un gran aumento en la recuperación de los analitos, lo que las convierte en una alternativa sencilla, rápida y económica para el análisis de estos y otros compuestos con características fisicoquímicas semejantes.

Agradecimientos

Este trabajo fue financiado con fondos PAICYT-UANL (SA1473-20) y Ciencia Básica 2015-CONACYT (256711).

Participación de los autores

Melissa Fuentes-Rangel: desarrollo experimental, Marsela Garza-Tapia: desarrollo de métodos y evaluación de fibras, Graciela Granados-Guzmán: diseño de experimentos, Omar J. Portillo-Castillo: desarrollo de fibras, Abelardo Chávez-Montes: asesoría en la preparación de fibras, Rocío Castro-Ríos: diseño y coordinación del trabajo.

Referencias

1. Viera S; Santana J. Rev. Acad. Canar. Cienc. 2013, XXV, 77-95.
2. Peñalver A. Aplicación de la Microextracción en Fase Sólida al Análisis medioambiental. Tesis Doctoral, Universidad Rovira I Virgili, Tarragona, 2002.