

Preparación de muestras del medio ambiente para análisis por medio de técnicas cromatográficas

Vega, O.¹, Lopes, P.R.¹, Amaral, P.O.¹, Gonschorowsk, G.¹, Oliveira, J.P.¹, Fabbro, R.¹, Mesquita, K.A.¹, Gimenez, M.P.¹, Redígolo, M.¹

¹Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares-IPEN, Av. Prof. Lineu Prestes 2242, São Paulo, Brasil – ovega@ipen.br

Palabras clave: SPE, SPME, QUECHERS.

RESUMEN

Este artículo explora la ciencia de la preparación de muestras para matrices sólidas, líquidas y gases, utilizados en el laboratorio del Centro de Química y Medio Ambiente del IPEN. Extracción de neonicotinoides del agua por LLE (Liquid-Liquid Extraction), extracción de hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs) del agua a través de DLLME (Dispersive liquid - liquid micro extraction) y el uso de extracción en fase sólida SPE (Solid Phase Extraction) para el análisis de hormonas en agua son descritos. Límites de detección que utilizan estas técnicas son descritas en este trabajo.

INTRODUCCION

La química analítica tiene como propósito encontrar la composición química de una determinada materia. Para lograr este objetivo, la química analítica desarrolla métodos físico-químicos, que implican tres elementos principales que deben explorarse, la primera es la recogida y el tratamiento de la muestra, la segunda es la instrumentación y el tercero es el procesamiento de los datos analizados. En este trabajo nos centramos en el primer elemento, la recogida y el tratamiento de la muestra, conocida como la preparación de muestras. Este primer paso es muy importante en la química analítica, el fracaso de esta etapa analítica pone en riesgo los otros dos elementos.

1) Preparación de muestras de gases:

Las análisis de compuestos orgánicos volátiles biogénicos (BVOCs) de la selva tropical del Amazonas¹ son importantes en la ciencia de química atmosférica. La colección de los BVOCs (Figura 1) se realiza mediante tubos de metal que contienen Tenax y carbón activado (Figura 2). Los tubos absorbentes se calientan en un sistema de desorción acoplado a un GC/MS/FID (Figura 3). Varios terpenoides son detectados vía MS y cuantificados vía FID, alcanzando concentraciones de $0,1 \mu\text{g m}^{-3}$.



Figura 1: Colecta de los gases BCOVs en la torre dentro de la selva Amazonica.



Figura 2: Tubos de metal que contienen Tenax y carbón activado



Figura 3: Sistema de desorción acoplado a un GC/MS/FID.

2) Preparación de muestras de líquidos:

Extracción de neonicotinoides del agua por LLE (Liquid-Liquid Extraction), extracción de hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs) del agua a través de DLLME (Dispersive liquid - liquid micro extraction) y el uso de extracción en fase sólida SPE (Solid Phase Extraction) para el análisis de hormonas en agua son descritos a seguir.

2.1 – El estudio de los neonicotinoides en las aguas superficiales es de gran importancia en el medio ambiente por estar relacionado con el colapso de las colonias de abejas. La extracción de los neonicotinoides del agua puede realizarse por extracción líquido-líquido (LLE) o extracción en fase sólida (SPE) (Figura 4). A partir de estas extracciones, la detección de los neonicotinoides alcanza niveles entre 6 y 8 $\mu\text{g L}^{-1}$ analizadas por HPLC-MS/MS.

2.2 – En los análisis de PAHs en agua se utiliza como preparación de muestra, la micro extracción dispersivo líquido-líquido (SPME-Solid Phase Microextraction) (Figura 5) que es un proceso en el que un analito es absorbido en la superficie de una fibra revestida de silica, a continuación desorbido en un instrumento apropiada para la separación y cuantificación. Otra técnica de extracción de PAHs en el agua es la microextracción líquido-líquido dispersiva o DLLME (Dispersive liquid - liquid micro extraction) (Figura 6). Esta técnica cumple con los requisitos de miniaturización, bajo costo, velocidad y eficiencia de la extracción. Los análisis de PAHs utilizando esta técnica de extracción, alcanzando límites de detección de 0,01 $\mu\text{g L}^{-1}$ obtenidas via GC/MS.

2.3 - Los análisis de hormonas del agua utiliza extracción en fase sólida SPE como un método de preparación de la muestra antes del análisis mediante GC/MS. Los límites de detección varían de 0,06 a 0,49 $\mu\text{g L}^{-1}$.

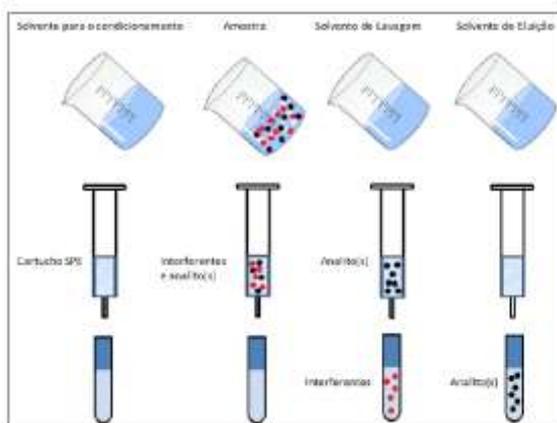


Figura 4: Extracción en fase sólida SPE

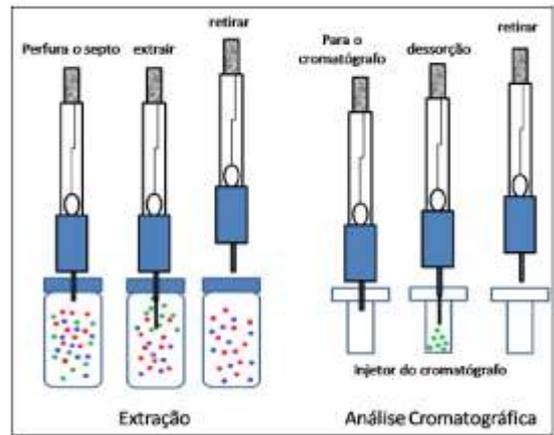


Figura 5: Micro extracción dispersivo líquido-líquido (SPME-Solid Phase Microextraction)

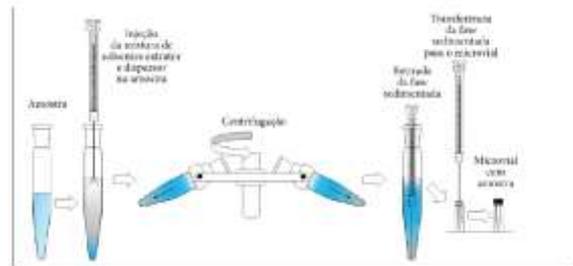


Figura 6: Microextracción líquido-líquido dispersiva o DLLME (Dispersive liquid - liquid micro extraction)

3) Preparación de muestras sólidas:

El análisis de los contaminantes orgánicos persistentes (POPs) en suelos de regiones industriales es utilizada para controlar la salud pública de estas regiones². La técnica de extracción de los POPs de la matriz suelo es realizada utilizando los sales de QuEChERS (Figura 7). El límite de detección del método llega a 0,01 $\mu\text{g g}^{-1}$ utilizando el analizador GC/MS/ECD.



Figura 7: Extracción de la matriz suelo realizada utilizando los sales de QuEChERS

2.- Gonschorowski, G., Vega, O. 2015. Detecção de hormônios em água. Editora Novas Edições Acadêmicas.

CONCLUSIÓN

Los avances tecnológicos en el campo de análisis instrumentales están eliminando las técnicas de preparación de muestras, porque el desarrollo de los analizadores están cada vez más sensibles y precisos, con alto grado de especiación de analitos llegando a las masas exactas. Pero, la mayoría de los instrumentos actuales no pueden tratar matrices complejas. Por lo tanto, la preparación de muestra tiene todavía una amplia importancia científica en el desarrollo de separación y concentración del analito deseado de los diversos tipos de matrices con la menor interferencia posible.

Agradecimientos

Agradecemos a la CAPES, CNPq y IPEN por el apoyo financiero.

Referencias

1.- Lopes, P., Guenther, A., Vega, O. 2014. BVOC emissions and reactivity study in brasilian and french guiana tropical forests. In: iLeaps, v. 1. p. 100-103.