

CONSEJOS PARA EL PROCESO DE PRETRATAMIENTO DE MUESTRAS SÓLIDAS ANTES DE LA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA

Autor invitado: James Turner, Especialista técnico

La Extracción de fase sólida (Solid phase extraction, SPE) se selecciona habitualmente como **técnica de preparación de las muestras** antes del análisis de HPLC y GC.

Proporciona limpieza, preconcentración de analitos y cambio de solvente. Esto funciona bien para cualquier muestra líquida homogénea, pero por supuesto una muestra sólida no puede aplicarse directamente a un dispositivo de SPE. A continuación, consideraremos el mejor enfoque más apropiado para el pretratamiento de muestras sólidas antes de la SPE.

La primera fase del proceso previo al tratamiento de muestras sólidas implica homogenizar la muestra con un solvente adecuado. El solvente seleccionado para este propósito:

- Será eficaz en la solubilización del analito
- Será eficaz en la solubilización de la matriz de muestras, aunque esto no es necesario siempre que la muestra se mezcle bien con el solvente.
- Idealmente, será un solvente débil cuando se trata de la etapa de la SPE. Esto puede no ser posible, y puede ser necesario secar y reconstituir la muestra antes de cargarla en el cartucho de SPE.

Tras formar una suspensión de la muestra en un solvente adecuado, se debe utilizar un mezclador para favorecer una mezcla exhaustiva y luego se debe centrifugar para precipitar los componentes insolubles de la matriz. A continuación, se debe eliminar el solvente para

CONSEJOS PARA EL PROCESO DE PRETRATAMIENTO DE MUESTRAS SÓLIDAS ANTES DE LA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA

continuar el tratamiento.

En este punto, es necesario seleccionar el mecanismo de la SPE (utilice la siguiente tabla como referencia):

Mechanism	Weak Solvent	Strong Solvent
Reversed phase	Water/buffer	Acetonitrile/Methanol (hexane strongest)
Normal phase	Hexane/Heptane	Mid polar organic such as DCM, MTBE, IPA (strongest is water)
Ion exchange	Aqueous buffer at a pH which promotes ion exchange interactions between analyte and SPE sorbent	Organic solvent, typically methanol with pH adjustment to disrupt the ion exchange interactions.

En este punto deben tenerse en cuenta las propiedades de analitos y el diluyente de las muestras. Las extracciones de fase reversa son efectivas para los analitos moderadamente tóxicos a moderadamente hidrofóbicos, pero solo si se disuelven en un solvente débil como el agua. Si la muestra se disuelve en un solvente medio-polar, será necesario diluir la muestra o bien secarla y reconstituirla. Lo mismo ocurre en la fase normal, en la cual las muestras se deben disolver en hexano/heptano para que los analitos se conserven satisfactoriamente durante la carga de la muestra en el **dispositivo de SPE**.

CONSEJOS PARA EL PROCESO DE PRETRATAMIENTO DE MUESTRAS SÓLIDAS ANTES DE LA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA

Los siguientes ejemplos ilustran este concepto en más detalle.

Extracción de PCB del suelo

Los PBC son hidrofóbicos y se disolverán fácilmente en un solvente no polar. El suelo puede secarse, pesarse y luego extraerse usando hexano (o heptano). Una vez mezclado y centrifugado, la solución resultante se puede aplicar directamente a un tubo de SPE de sílice acondicionado que permita realizar una extracción en fase normal.

Tilosina de la carne

La tilosina es un antibiótico, con un log P de 1,0. La extracción de la carne con una mezcla de acetonitrilo y agua (80:20) romperá las interacciones hidrofóbicas, liberando la tilosina. Después de la centrifugación, la muestra líquida resultante requerirá una dilución adicional con agua para reducir la concentración del solvente de carga antes de una en fase reversa.

Enilconazol de las naranjas

El enilconazol es un fungicida ampliamente utilizado en la agricultura, frecuentemente usado con frutas cítricas. Se puede extraer fácilmente de las naranjas utilizando

CONSEJOS PARA EL PROCESO DE PRETRATAMIENTO DE MUESTRAS SÓLIDAS ANTES DE LA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA

acetonitrilo. Puesto que el enilconazol es básico, la adición de HCl al extracto de acetonitrilo favorecerá la protonación del analito, lo que permitirá que sea retenido directamente en un material de SPE de intercambio catiónico fuerte. Esto simplifica en gran medida el proceso de extracción, ya que no es necesario diluir la muestra (en contraste con la fase reversa, o la extracción de fase normal en la que el acetonitrilo al 100 % provocaría que el analito no se retuviera durante la carga).

Si tiene alguna pregunta sobre el ppretratamiento de muestras sólidas antes de la extracción en fase sólida, o cualquier otra pregunta técnica, visite nuestro servicio gratuito online, **Chatear ya**, para hablar al instante con uno de nuestros Especialistas técnicos (¡como James!).

Puede empezar a chatear en **www.phenomenex.com/Chat**

CONSEJOS PARA EL PROCESO DE PRETRATAMIENTO DE MUESTRAS SÓLIDAS ANTES DE LA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA



Y para obtener más información y productos para la preparación de muestras, visite nuestro sitio en: **www.phenomenex.com/spe**

Share with friends and coworkers:

- Click to email this to a friend (Opens in new window)
- Click to share on Twitter (Opens in new window)
- Click to share on Facebook (Opens in new window)
- Click to share on Pinterest (Opens in new window)
- Click to share on LinkedIn (Opens in new window)
- Click to share on Tumblr (Opens in new window)
- Click to share on Reddit (Opens in new window)