

**ANÁLISIS DE COMPUESTOS PERFLUORADOS EN SUERO SANGUÍNEO
MEDIANTE MICROEXTRACCIÓN CON DISOLVENTES
SUPRAMOLECULARES Y CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA/
ESPECTROMETRÍA DE MASAS CON TRAMPA IÓNICA.**

Noelia Luque, Ana Ballesteros-Gómez y Soledad Rubio.

^a *Departamento de Química Analítica, Edificio Anexo Marie Curie, Facultad de Ciencias, Campus de Rabanales, CP: 14071 Universidad de Córdoba. www.uco.es/sac*

Los compuestos perfluorados (PFCs) son contaminantes emergentes de gran interés debido a su distribución global en la fauna a causa de su gran persistencia y bioacumulación. Preocupan especialmente las elevadas concentraciones que se han encontrado en el análisis de algunas muestras de sangre y tejidos humanos ($\text{ng}\cdot\text{mg L}^{-1}$). En la actualidad se está realizando un considerable esfuerzo para el desarrollo de estrategias adecuadas para monitorizar los PFCs en sangre lo cual es necesario para estimar la exposición de las personas a estos compuestos a través de diferentes rutas tales como la bebida o la comida.

Este trabajo de investigación presenta un novedoso método de microextracción para la simultánea extracción y preconcentración de ácidos carboxílicos perfluorados (6-14 átomos de carbono) y sulfonatos perfluorados (6-8 átomos de carbono) de muestras de suero sanguíneo usando un disolvente supramolecular (SS) hecho de micelas inversas de ácido hexanoico. Los SS constituidos de micelas inversas son líquidos inmiscibles en agua formados por agregados supramoleculares de micelas inversas dispersas en una fase continua de agua:tetrahidrofurano (THF) y se generan a partir de disoluciones anfífilas mediante un proceso secuencial de autoensamblaje a dos escalas, molecular y nano. En primer lugar, las moléculas anfífilas forman espontáneamente agregados tridimensionales y a continuación la acción de un estímulo externo (agua) hace que las nanoestructuras generadas se autoensamblen en agregados mayores con un tamaño de distribución en la escala nano y macro que finalmente se separan de la disolución por un fenómeno conocido como coacervación. En este trabajo, se describe por primera vez un SS de micelas inversas de ácido hexanoico y se aplica a la extracción de PFCs.

El procedimiento implica la acidificación de 910 μL de suero con 43 μL de ácido clorhídrico y la adición de 450 μL de THF y 97 μL de ácido hexanoico, condiciones bajo las cuales se forman aproximadamente 275 μL de disolvente supramolecular después de agitar la muestra en vortex y ultracentrifugarla. La extracción de los PFCs se basa en la formación de agregados mixtos de analito:ácido hexanoico mediante interacciones hidrofóbicas y puentes de hidrógeno. La cuantificación de los PFCs en el extracto se realizó mediante curvas de calibración preparadas en el disolvente supramolecular. Se utilizó la columna analítica Fluorocetyl para asegurar cuantificación exacta de los sulfonatos ya que se evita la coelución con conocidas interferencias biológicas (por ejemplo los ácidos cólicos) que son imposibles de separar usando columnas C_8 y C_{18} . Este método se aplicó para la determinación de PFCs en diferentes muestras de suero animal y humano. Las recuperaciones obtenidas estuvieron comprendidas entre 70-108% y la precisión del método entre 1-13%. Los límites de detección fueron 0.2-0.3 ng mL^{-1} para los sulfonatos y 0.2-1.5 ng mL^{-1} para los ácidos. Las concentraciones encontradas en suero humano estuvieron comprendidas entre 0.8 y 3.8 ng mL^{-1} y por debajo del límite de cuantificación en el caso de las muestras de suero animal.

Este método ofrece una alternativa simple, económica y rápida a los métodos que se usan actualmente para estudiar los niveles de PFCs en humanos.