

EVALUACIÓN DE UNA UNIDAD DE MICROEXTRACCIÓN BASADA EN UN SÓLIDO MONOLÍTICO MODIFICADO CON NANOTUBOS DE CARBONO MULTICAPA CARBOXILADOS

B. Fresco-Cala, S. Cárdenas, M. Valcárcel.

*Departamento de Química Analítica, Instituto de Química Fina y Nanoquímica, Edificio Marie Curie (anexo), Campus de Rabanales, Universidad de Córdoba.
q72frcab@uco.es*

La tendencia a la miniaturización de los procesos de medida afecta a todas las etapas del mismo, incluyendo el tratamiento de la muestra. Las técnicas de separación no cromatográficas no han sido ajenas a esta evolución, y en la actualidad se dispone de una gran variedad de alternativas miniaturizadas tanto en fase sólida como en fase líquida. El éxito de las mismas depende de la eficacia del medio extractante. En el caso de la técnica de microextracción en fase sólida, los materiales nanoestructurados han supuesto un punto de inflexión en el desarrollo de nuevas unidades y modalidades más eficientes que las basadas en el empleo de sólidos sorbentes convencionales.

Los sólidos monolíticos se han empleado hasta ahora con excelentes resultados como fases estacionarias en técnicas de separación cromatográficas y electroforéticas, debido a las excepcionales propiedades que les confiere su estructura continua y homogénea frente a las partículas empaquetadas, así como la porosidad controlada del sólido resultante. El proceso de fabricación es relativamente simple ya que se realiza en una única etapa que implica la polimerización en fase homogénea de los monómeros seleccionados. Entre las variables que se pueden controlar, el grupo funcional y el tamaño de poro son los más importantes de cara a la aplicación final del sólido monolítico. En este contexto, la posibilidad de incorporar micro y nanomateriales permite combinar su elevada superficie específica con la alta porosidad y variabilidad funcional de los materiales monolíticos, permitiendo, por ejemplo abordar con éxito las separaciones de moléculas pequeñas.

En esta comunicación se evalúa el potencial de la unidad de microextracción basada en la inmovilización de nanotubos de carbono multicapa carboxilados en los poros de un sólido monolítico. Se seleccionó acrilato de butilo (BA) como monómero, dimetracrilato de etileno (EDMA) como entrecruzador, y formamida e isopropanol como porógenos en la mezcla de reacción. El potencial de la unidad de microextracción se evaluó mediante la determinación de triazinas en muestras de agua como problema analítico modelo. Para la identificación y la cuantificación de los analitos se utilizó cromatografía de gases con detección por espectrometría de masas

En primer lugar, se estudió la eficacia extractante de distintos materiales nanoestructurados de carbono, obteniendo los mejores resultados en el caso de los nanotubos de carbono multicapa. También se estudiaron todas las variables que afectan a la síntesis del sólido monolítico y al proceso de microextracción, siendo la composición elegida para la reacción de polimerización; 20 wt% de monómeros (25 wt% de BA y 75 wt% de EDMA) y 80 wt% de porógenos (50 wt% de formamida y 50 wt% de isopropanol), y como iniciador radicalico un 0.3 wt% de peróxido de lauroilo (LPO) con respecto a los monómeros. A continuación, la mezcla de reacción se introdujo en un capilar de sílice fundida previamente acondicionado, y una vez completada la reacción de polimerización se llevó a cabo la inmovilización de los nanotubos de carbono en los poros del material monolítico. Finalmente, el método se aplicó para la determinación de triazinas en muestras de agua de río y de grifo, obteniéndose valores de recuperación entre 79 y 113%. Los límites de detección se encuentran entre 0.02-0.6 ng/mL, y además la precisión del método propuesto es elevada presentado valores de desviación estándar relativa entre 5.3 y 11.3%.