

“Minimització de residus en l’extracció de contaminants orgànics en mostres aquoses ”

Josep Torras Grané, Jordi Lladó Valero

Dept. d’Enginyeria Minera i Recursos Naturals (josep.torras@upc.edu)

Escola Politècnica Superior d’Enginyeria de Manresa.

1. Introducció

La minimització és el mètode de gestió de residus preferit. En diferents tècniques analítiques, els mètodes clàssics d’extracció de compostos orgànics de diferents matrius, empen volums grans de dissolvents orgànics (hexà, diclorometà,...). Per aquest motiu, al laboratori químic del departament EMRN, s’estan introduint noves tecnologies d’extracció d’orgànics en mostres aquoses. Aquestes tècniques permeten disminuir el volum de dissolvents orgànics utilitzat, disminuir els costos del procés i, sovint, un estalvi de temps d’operació. La miniaturització dels processos d’extracció pot comportar alguna limitació a nivell dels límits de detecció dels analits, però en el cas de tenir unes concentracions adients, els avantatges són notables. Transmetre als alumnes, totes les possibilitats disponibles d’extracció i donar els elements necessaris per triar la més adient, pot comportar una millora pel què fa a la minimització de residus dins de l’àmbit del laboratori químic.

2. Treball

A continuació, es detallen les diferents tècniques utilitzades per a l’extracció d’orgànics i es fa una comparativa sobre la quantitat de dissolvent que es gasta en cada una d’elles.

Extracció líquid – líquid (LLE): És el mètode més antic d’extracció de compostos. La tècnica consisteix en introduir la mostra problema (500-1000 ml) en un embut de decantació i a continuació introduir el dissolvent orgànic (50 ml diclorometà * 3 vegades). Després s’agita, es recull el diclorometà, s’asseca i s’evapora amb el rotavapor. El factor de concentració comporta una millora en els límits de detecció dels analits. Aquesta tècnica resulta encara molt útil, sobretot en els casos en què la mostra no és coneguda.

Extracció en fase sòlida (SPE): Aquest mètode es basa en l’adsorció de compostos en una petita columna i posteriorment es desorbeix amb un dissolvent adient. El primer pas consisteix en activar la columna amb metanol i aigua D.I. Després es fa passar 500 la mostra amb un flux constant i s’asseca la columna amb corrent de nitrogen. Finalment, es passen 10 ml de diclorometà per arrossegar els analits, s’asseca i s’evapora la solució fins al volum desitjat. Els avantatges d’aquesta tècnica són la reducció notable del dissolvent emprat, la selectivitat en l’extracció dels analits en funció de l’adsorbent utilitzat i un factor de concentració molt gran.

Micro-extracció en fase sòlida (SPME): El mètode permet fer la desorció dels analits sense la utilització de dissolvents, però es perd precisió i exactitud, ja que hi ha una gran quantitat de processos fisicoquímics implicats. S’agafa una mostra en un vial amb agitador i tapat amb un septum. S’escalfa i s’agita per tal d’arribar a un equilibri dels analits entre la fase líquida i vapor. Després s’hi introdueix el sistema SPME que conté una fibra que adsorbeix els

compostos volatilitzats. Passat el temps de contacte necessari amb la mostra o el seu espai de cap, s'introdueix la fibra a l'injector del cromatògraf de gasos i els compostos es desorbeixen de la fibra per a ser analitzats.

Micro extracció amb sorbent empaquetat (MEPS): Aquest mètode és molt similar a la SPE però s'aconsegueix reduir molta quantitat de mostra i de dissolvents. En aquest cas, s'utilitza una microxeringa, l'agulla de la qual conté una petita columna de material adsorbent, semblant a una SPE miniaturitzada. Només s'utilitza entorn de 1 ml de mostra i 50 µl d'eluent.

3. Conclusions

Com s'observa en la següent taula, la LLE és la tècnica que més volum de dissolvent utilitza, tot i així s'ha de tenir en compte ja que, en determinades ocasions, pot presentar determinats avantatges.

	LLE	SPE	SPME	MEPS
Quantitat de mostra	1000 ml	500 ml	5 ml	1 ml
Volum dissolvent extracció	150 ml	10 ml	-	50 µl
Volum dissolvent neteja aparell	50 ml	-	Tèrmic	Aprox. 3 ml
Reutilització del material	Indefinit	1 ext.	50 - 70 ext.	40 - 100 ext
Temps de manipulació de la mostra	45 - 60 min.	75 - 90 min.	40 minuts	4 minuts

Les altres tècniques (SPE, SPME i MEPS), s'han introduït amb diferents objectius: Augmentar la selectivitat d'extracció, disminuir la quantitat de mostra, augmentar la productivitat o disminuir la quantitat de dissolvent. En el cas de la SPME s'ha arribat a realitzar la desorció tèrmicament, sense utilitzar dissolvent. L'inconvenient que pot representar la SPME és que l'adsorció d'alguns analits depengui, en excés, d'una gran quantitat de factors de la mostra, difícilment ponderables.

En conclusió, les noves tècniques com la SPME i la MEPS disminueixen la quantitat de dissolvent i com a conseqüència hi ha una disminució de la quantitat de residus. Però en alguns casos s'han de tenir en compte les altres tècniques (LLE i SPE) per realitzar les extraccions ja que poden aportar resultat més exactes.

4. Bibliografia.

- Aziza El-Beqqali , Anders Kussak , Mohamed Abdel-Rehim. Fast and sensitive environmental analysis utilizing MEPS with GC/MS. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in wáter. **Journal of Chromatography A**, 1114 (2006) 234–238
- Lladó J. (2010) "Posta a punt del mètode per a la determinació de fàrmacs en aigües residuals" .UPC (Manresa).
- Solid Phase Microextraction (SPME).
<http://www.sigmaaldrich.com/etc/medialib/docs/Supelco/Bulletin/4547.Par.0001.File.tmp/4547.pdf>