



Guía trabajo práctico

Tópicos de Análisis Instrumental Avanzado 2011

Tema 4: Extracción y pre-concentración en preparación de muestras

1) Trabajo práctico

Se llevará a cabo la extracción de benzo(a)pireno (BaP), un hidrocarburo aromático policíclico representativo, desde muestras de suelo agrícola, mediante extracción sólido-líquido asistida por microondas o por ultrasonido, con una etapa de limpieza realizada in-situ por partición en hexano. La determinación de BaP se realizará mediante espectroscopía de fluorescencia.

1.a) Extracción sólido-líquido y partición en hexano asistida por microondas

Pesar 1 g de suelo ($\pm 0,01$ g) en un vaso del microondas en duplicado, agregar 1 mL de una mezcla agua-acetonitrilo 30:70 y homogeneizar suavemente con agitación. Enseguida añadir 5 mL de hexano, cerrar los vasos y poner en el microondas aplicando el siguiente programa: 2 minutos a 250 W y 10 minutos a 700 W. Una vez que el programa se haya completado enfriar los vasos con ayuda del baño de agua, trasladar el hexano a un tubo de ensayo con ayuda de una pipeta Pasteur. Evaporar en corriente de nitrógeno a sequedad y reconstituir en 3 mL de hexano.

1.b) Extracción sólido-líquido y partición en hexano asistida por ultrasonido

Pesar 1 g de suelo ($\pm 0,01$ g) en un tubo con tapa rosca en duplicado, agregar 1 mL de una mezcla agua-acetonitrilo 30:70 y homogeneizar suavemente con agitación. Enseguida añadir 5 mL de hexano, cerrar el tubo, y poner en el baño de ultrasonido a 50°C, aplicar ultrasonido por 10 minutos a potencia intermedia. Dejar enfriar los tubos a temperatura ambiente y trasladar el hexano a un tubo de ensayo con ayuda de una pipeta Pasteur. Evaporar en corriente de nitrógeno a sequedad y reconstituir en 3 mL de hexano.

1.c) Determinación del espectro de fluorescencia de las muestras y cuantificación de BaP.

A partir de un patrón de 100 ng/mL (100 ppb) en hexano, preparar patrones de 2, 4, 6 y 8 ppb en hexano en matraces de 10 mL.



Universidad de Chile. Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas
Departamento de Química Inorgánica y Analítica

Casilla 233 Santiago, CHILE

Siguiendo las instrucciones del profesor o ayudante obtener el espectro del hexano de los patrones de la curva de calibrado y de los extractos de suelo, bajo las siguientes condiciones.

Longitud de onda de excitación: 290 nm

Longitud de onda de emisión: 300 a 700 nm

Slit excitación: 10 nm

Slit emisión: 10 nm

Velocidad de barrido: intermedia

Registrar los **dos valores de fluorescencia más altos** en el espectro de BaP y el **promedio** de estos. Construir la **curva de calibrado de concentración de BaP** v/s el valor **promedio de fluorescencia** antes calculado. Interpolar en dicha curva los valores de fluorescencia promedio de los extractos y determinar el porcentaje de recuperación del analito en las muestras.

2) Distribución de grupos

El curso deberá dividirse en cuatro grupos con similar número de integrantes para llevar a cabo el trabajo de laboratorio.

El día miércoles 4 de enero de 2012 le corresponderá a los grupos 1 y 2. El primero realizará la extracción asistida por microondas y el grupo 2, asistida por ultrasonidos.

El día viernes 6 de enero de 2012 le corresponderá a los grupos 3 y 4. El primero realizará la extracción asistida por microondas y el grupo 4, asistida por ultrasonidos.

Cada grupo deberá entregar un informe, en no más de dos planas, con sus resultados y la comparación con el tratamiento realizado por el grupo complementario. Para ello deberán compartir la información entre estos grupos (1 y 2 ; 3 y 4).