Una de las principales tendencias en Química Analítica es el desarrollo de metodologías de preparación de muestra eficientes y sostenibles basadas en los principios de la Química Analítica Verde (GAC). En este sentido, en esta Tesis Doctoral se diseñaron y evaluaron nuevos disolventes de punto eutéctico ultra-bajo naturales (NADESs) y polímeros sensibles a estímulos como fases de extracción para la determinación de diferentes contaminantes emergentes y persistentes (plastificantes, fármacos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, bifenilos policlorados y plaguicidas, entre otros), en muestras ambientales, alimentarias y biológicas utilizando cromatografía de líquidos y de gases acopladas a diferentes detectores (ultravioleta, espectrometría de masas y espectrometría de masas en tándem). Estos nuevos materiales mostraron una capacidad de extracción comparable a la de los convencionales, reduciendo significativamente su impacto ambiental al ser parcial o totalmente biodegradables.

En lo que respecta a los NADESs, se prepararon y caracterizaron disolventes cuasi-hidrofóbicos a partir de mentol o fenchol combinados con ácido acético, y se aplicaron en procedimientos de microextracción líquido-líquido dispersiva sin emplear disolventes de dispersión. Además, se desarrolló una versión mejorada basada en la solidificación de la gota orgánica, lo que amplió su aplicabilidad a matrices más complejas y facilitó la manipulación de la gota tras la extracción. Se prepararon también varias mezclas eutécticas a diferentes relaciones molares a partir de los mismos compuestos para mejorar la robustez del método.

Por otro lado, se introdujo por primera vez el uso de polímeros autodegradables en la preparación de muestras, diseñados para despolimerizarse bajo la aplicación de estímulos específicos tras su uso. Se sintetizaron y caracterizaron dos tipos de sorbentes poliméricos: los polímeros de cadena escindible y los polímeros dinámicos covalentes, que demostraron una alta eficiencia en técnicas miniaturizadas de extracción en fase sólida dispersiva. Además, estos materiales presentan la ventaja de degradarse en fragmentos de baja o nula toxicidad o, incluso, en sus compuestos originales al aplicar estímulos adecuados. En el caso del polímero de cadena escindible, se comprobó que el producto obtenido tras su degradación podía repolimerizarse para obtener nuevamente el polímero original, contribuyendo así a una economía circular.

Los procedimientos desarrollados fueron optimizados, validados y aplicados al análisis de muestras acuosas, incluyendo diferentes tipos de aguas, bebidas y orina. La separación y detección de los contaminantes objeto de estudio se llevó a cabo utilizando cromatografía líquida de alta y ultra-alta eficacia o cromatografía de gases acopladas a diferentes detectores tanto convencionales como de espectrometría de masas. Además, la sostenibilidad de los métodos fue evaluada mediante diferentes métricas basadas en la GAC, en la Preparación de Muestra Verde y en la Química Analítica

Blanca, obteniendo puntuaciones favorables cuando se consideraba exclusivamente la etapa de preparación de muestra.

En conjunto, esta Tesis Doctoral proporciona diversas soluciones innovadoras y sostenibles para la preparación de muestras y el análisis de trazas mediante técnicas separativas avanzadas, contribuyendo al avance de la GAC y al diseño de procedimientos analíticos más respetuosos con el medio ambiente.