

Resumen tesis Accésit Mejor Tesis SECyTA 2ª Edición del Premio, convocatoria de 2022



“Advances in Microextraction Techniques using Novel Materials”

Autor: **Adrián Gutiérrez Serpa**

Directores: Dras. Ana I. Jiménez Abizanda y Verónica Pino Estévez

Grupo de investigación: Materials for Chemical Analysis ULL (MAT4LL),
Departamento de Química Analítica, Universidad de La Laguna.

Fecha de la defensa: 31 de marzo de 2022

En la actualidad, las técnicas de preparación de muestras analíticas se centran en el desarrollo de nuevas técnicas de extracción miniaturizadas para realizar análisis más rápidos, simples y sostenibles. A pesar de todos los avances logrados durante las últimas décadas en términos de instrumentos analíticos más sensibles, los esfuerzos en la preparación de muestras analíticas son hoy en día aún más necesarios ya la preparación de muestra aún es necesaria y además resulta necesario mejorar la sostenibilidad de los métodos existentes junto con la mejora de las técnicas para determinar analitos traza en muestras complejas minimizando el tiempo de análisis y lo tedioso de los procesos.

El desarrollo de estas técnicas de microextracción ha ido de la mano junto con la incorporación de nuevos materiales como fases extractantes para sustituir los materiales convencionales. Entre los diferentes materiales novedosos, cabe destacar la utilización de nanopartículas metálicas (NPs) y las redes metal-orgánicas (MOFs), como materiales adsorbentes de gran interés en la preparación de muestras analíticas dada su alta relación superficie/volumen (para NPs metálicas) o área superficial (para MOFs), estando estas propiedades directamente relacionadas con su impresionante capacidad de adsorción.

En esta Tesis Doctoral se incorporaron sorbentes metálicos basados en NPs y MOFs como materiales extractantes unidos a una variedad de soportes/dispositivos en diferentes técnicas de microextracción basadas en sorbentes: microextracción en fase sólida dispersiva (μ -dSPE), microextracción en fase sólida en fibra (SPME), SPME in-tube y microextracción de película delgada (TFME).

Con respecto a las NP metálicas, se han preparado NPs de oro y plata AgNP siguiendo un procedimiento de abajo hacia arriba (bottom-up) utilizando agentes de reducción alternativos en condiciones suaves. Estos adsorbentes se sintetizaron, caracterizaron e incorporaron como nuevos revestimientos de SPME en fibra. Además, se desarrolló un novedoso soporte trenzado-SPME como alternativa a los soportes convencionales de SPME. El desempeño de estas fibras se comparó con las fibras comerciales de SPME disponibles, observándose una mayor afinidad de los analitos hacia los recubrimientos basados en NPs.

Con respecto a los MOF, se (i) usaron como revestimiento sobre la superficie de las microesferas de sílice formando microesferas de tipo core-shell para usarse en μ -dSPE. Además, los MOFs se han usado adheridos a las paredes internas de capilares de sílice fundida para usarse como dispositivos SPME in-tube. Finalmente, los MOFs han sido incorporados en un polímero para la preparación de membranas de matriz mixta (MMM) basadas en MOF para su uso en TFME. La incorporación de MOF en estos diferentes

formatos y técnicas de microextracción permitió lograr una alta capacidad de adsorción y extracción para la determinación de analitos objetivo a niveles de trazas en muestras complejas. Los sorbentes, dispositivos y métodos de microextracción propuestos, se combinaron con técnicas cromatográficas, siendo los métodos resultantes optimizados, validados y aplicados al análisis de muestras reales, demostrando su adecuado desempeño analítico. Además, se realizó una evaluación verde de los métodos propuestos para discutir las ventajas y debilidades de los métodos de microextracción basados en sorbentes desarrollados en esta Tesis Doctoral.