

PROYECTO PAPIME PE208418

PRIMER AÑO

FES CUAUTITLÁN

PRODUCTO: CARTEL EN CONGRESO NACIONAL DE QUÍMICA ANALÍTICA



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO
Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán

Otorga el presente

4° CONGRESO DE CIENCIA, EDUCACIÓN Y TECNOLOGÍA



RECONOCIMIENTO

A: Mogica García Oscar Enrique, Carmona López Magaly
Lourdes, José de Jesús Olmos Espejel

Por su valiosa participación y exposición del cartel titulado:

**“VALIDACIÓN DE UN SISTEMA CROMATOGRÁFICO EN
LÍNEA CON EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA PARA EL
ANÁLISIS DE FILTROS UV”**

que se llevó a cabo los días:
19 al 22 de junio de 2018
en las instalaciones de esta Facultad

“POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU”
Cuautitlán Izcalli, Estado de México, 16 de junio de 2018

Dra. Alma Luisa Revilla Vázquez
Jefa de la División de Ciencias Químico Biológicas

4º CONGRESO



4º CONGRESO
CIENCIA, EDUCACIÓN
Y TECNOLOGÍA

Validación de un sistema cromatográfico en línea con extracción en fase sólida para el análisis de filtros UV

Mogica García Oscar Enrique¹, Carmona López Magaly Lourdes¹, José de Jesús Olmos Espejel¹

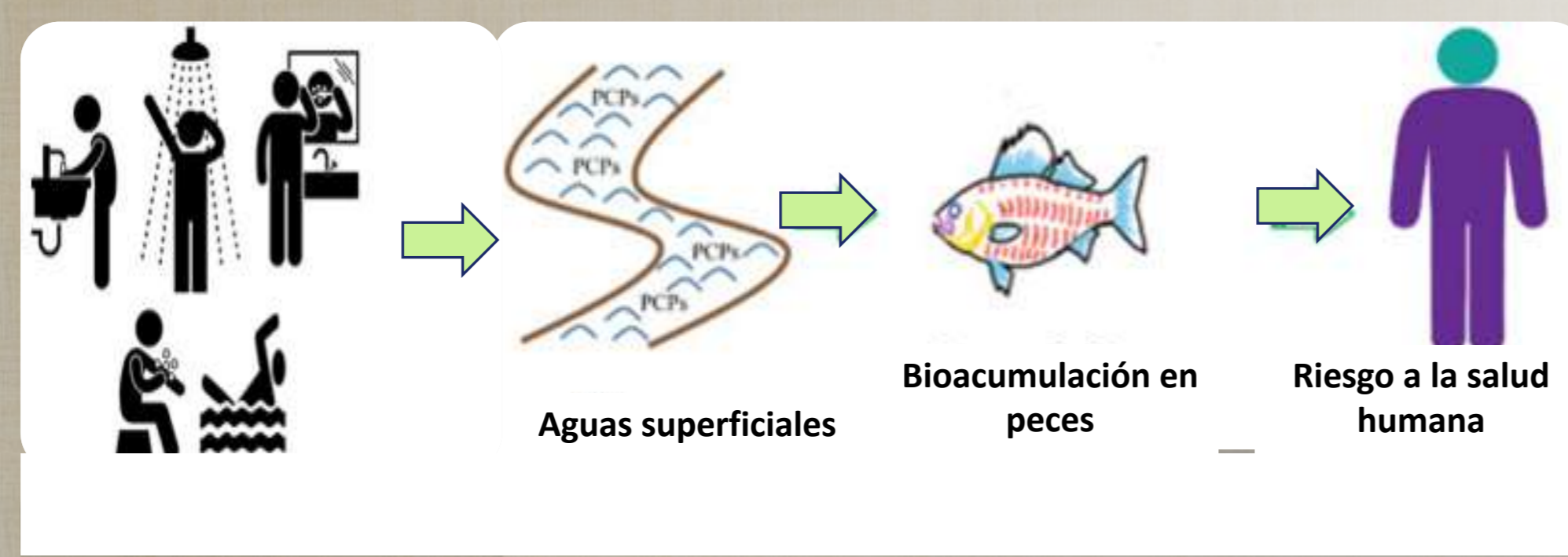
¹Departamento de Ciencias Químicas, Sección de Química Analítica, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, Av. 1º de Mayo S/N, Santa María Guadalupe las Torres, 54740, Cuautitlán Izcalli, Méx. j-olmos@comunidad.unam.mx

INTRODUCCIÓN

Los productos para el cuidado personal (PCP) en el medio acuático han sido reconocidos como uno de los problemas ambientales más urgentes durante la última década. Los filtros UV son contaminantes de reciente preocupación ya que se utilizan ampliamente en los PCP, así como en muchos productos industriales para protegerlos contra la fotodegradación. Éstos ingresan al medio ambiente acuático por medio de insumos directos de actividades recreativas, pero principalmente a través de los efluentes de las plantas de tratamiento de aguas residuales. Como resultado, los organismos acuáticos están expuestos durante todo su ciclo de vida. Los filtros UV pueden causar alteraciones hormonales como actividad estrogénica o afectaciones a la producción de hormonas esteroideas.



Países de América latina con mayor consumo de PCPs



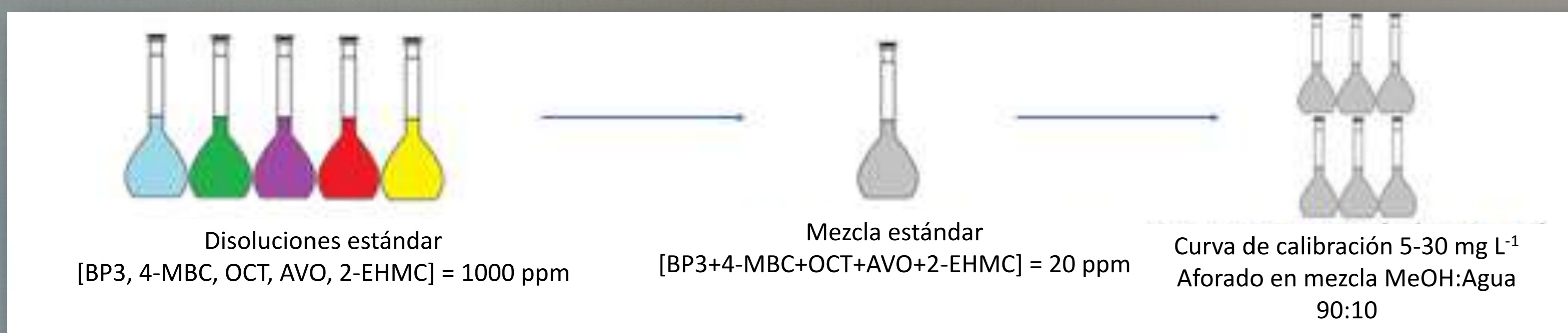
Ciclo de distribución de los PCPs

OBJETIVO

Desarrollar y validar una metodología que acople la extracción en fase sólida en línea a un sistema de cromatografía de líquidos de alta resolución y detección UV para el análisis de los analitos benzofenona-3 (BP-3), benzedrona (4-MBC), octocrileno (OCT), avobenzona (AVO) y octinoxato (2-EHMC) en muestras de músculo de pescado adquiridas en diferentes puntos de venta.

METODOLOGÍA

Optimización de la separación cromatográfica de filtros UV



Condiciones óptimas de análisis

- Volumen de inyección = 20 µl
- Fase móvil: A = MeOH, B = Agua
- Columna = Zorbax-SB-C18
- Dimensiones: 4.6 x 250 mm, 5 µm

Fase Móvil

- Flujo: 1.0 mL / min
- Tipo de elución = Isocrático
- Tiempo (min) % A %B

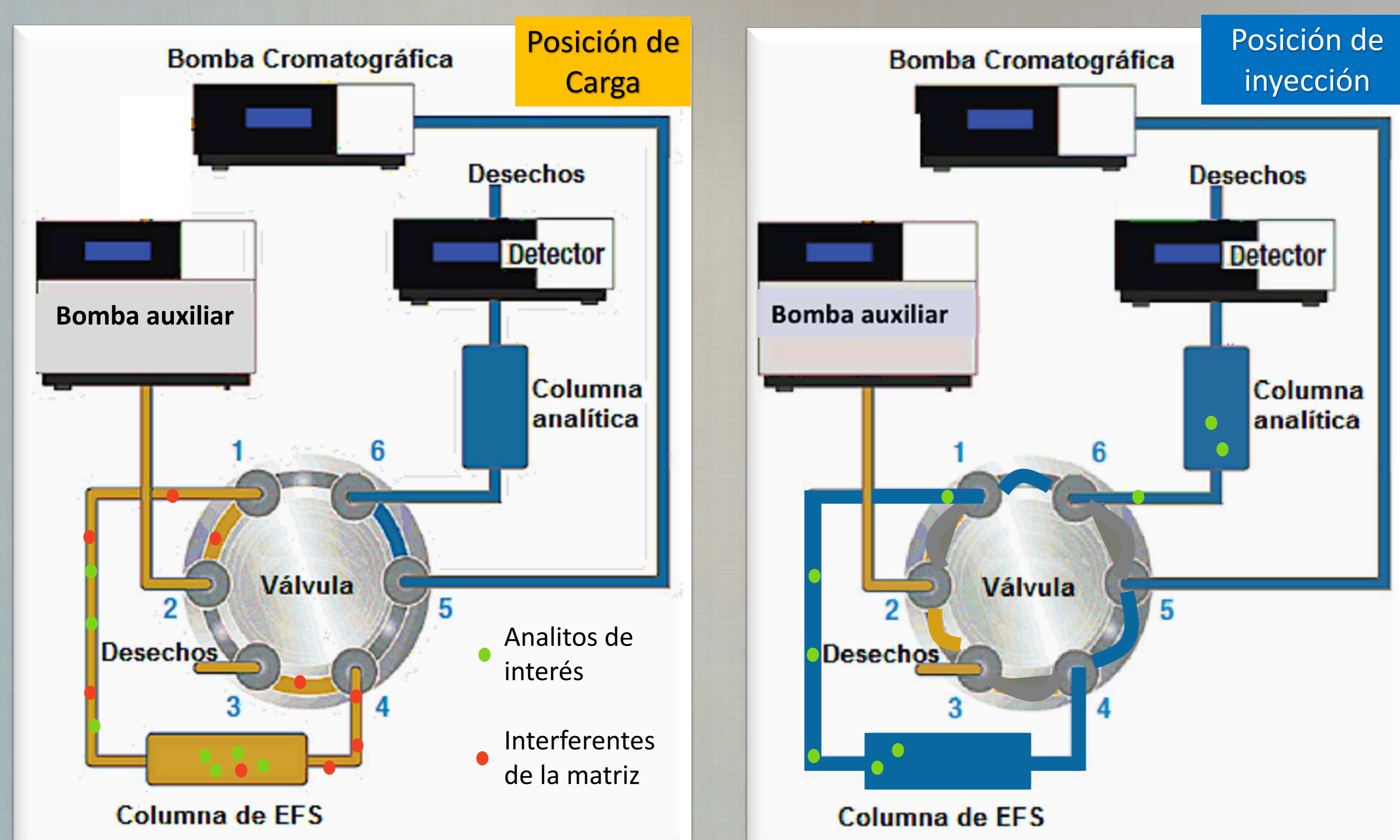
Detección UV/VIS

BP3, OCT, 2EHMC y 4MBC
λ = 310 nm y AVO λ = 360 nm

Optimización de la Extracción en Fase Sólida en línea

Paso	Posición válvula	Bomba activa	Proceso	Disolvente/ Extracto	Vol. (mL)	Flujo (mL/min)
1	Carga	BA	Lavado	MeOH 100% Agua 100%	4 4	1.5
2	Carga	BA	Carga del extracto	MeOH 47%	5	1.5
3	Carga	BA	Carga	Agua 100%	1	1.5
4	Inyección	BC	Elución	MeOH 87% Agua 13%	14	1.5
5	Carga	BA	Limpieza	MeOH 100%	4	1.5

Sistema de Extracción en Fase Sólida en línea y CLAR



RESULTADOS Y DISCUSIÓN

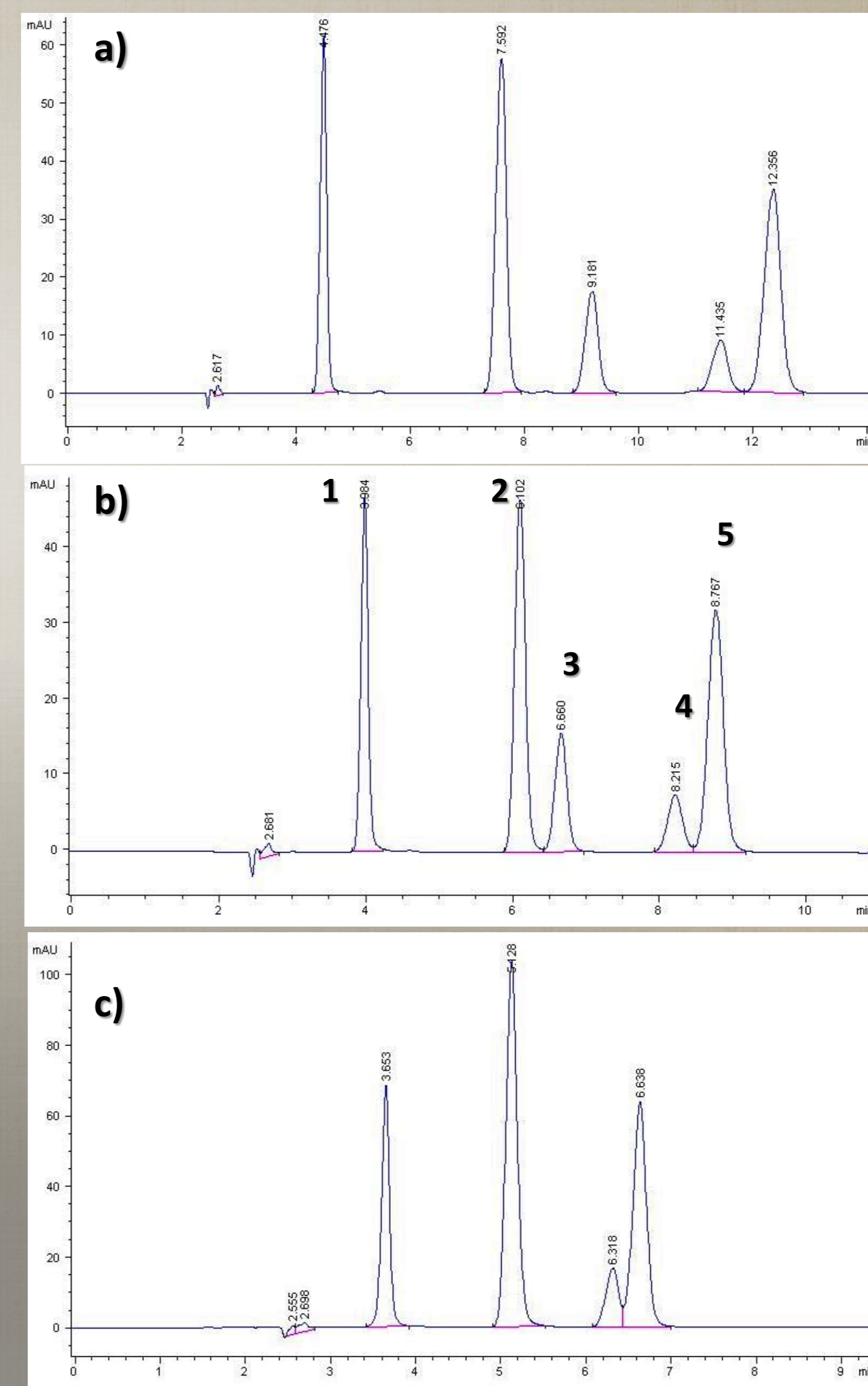


Figura 1. Cromatograma de una mezcla de estándares (15 ppm) monitoreados a 310 nm. a) 87% MeOH como fase móvil; b) 90%; c) 93%. 1: BP-3; 2: 4-MBC; 3: OCT; 4: AVO; 5: 2-EHMC.

Tabla 1. Parámetros cromatográficos utilizando 90% Metanol y una mezcla de estándares a 15 ppm.

Analito	N	Rs
BP-3	9466	10.379
4-MBC	10491	2.081
OCT	9232	5.252
AVO	10295	1.592
2-EHMC	10518	-

N = eficiencia; Rs = Resolución.

Tabla 2. Parámetros estadísticos para la validación del sistema cromatográfico fuera de línea

Analito	LD (ng mL ⁻¹)	LQ (ng mL ⁻¹)	CV (%) n = 3	r ² *
BP-3	98	327	0.436	0.9993
4-MBC	149	497	0.726	0.9998
OCT	159	531	0.965	0.9997
AVO	77	257	0.875	0.9984
2-EHMC	77	257	0.926	0.9995

LD = Límite de Detección; LQ = Límite de Cuantificación; CV = Coeficiente de Variación; r² = Coeficiente de Determinación
* En el intervalo de concentración de 5,000-30,000 ng mL⁻¹.

Tabla 3. Parámetros de validación del sistema EFS-CLAR-UV en línea.

Analito	R(%)	r ² *	CV (%) 4 ng mL ⁻¹ n = 3	CV (%) 80 ng mL ⁻¹ n = 3	LD ng mL ⁻¹	LQ ng mL ⁻¹	Proporción LQ fuera de línea/en línea
BP-3	95.21	0.9992	12.23	7.45	0.4	1.2	273
4-MBC	92.89	0.9987	5.48	5.30	0.4	1.2	414
OCT	88.65	0.9989	10.43	5.96	1.9	5.9	90
AVO	80.48	0.9881	13.79	10.60	1.7	5.1	50
2-EHMC	85.62	0.996	20.08	8.81	1.1	3.3	78

R = Recobro; r² = Coeficiente de Determinación; LD = Límite de Detección; LQ = Límite de Cuantificación; CV = Coeficiente de Variación. * En el intervalo de concentración de 5-320 ng mL⁻¹.

Las mejores condiciones para la separación cromatográfica fueron: una fase móvil de MeOH/H₂O en proporción 90:10, dado que los analitos tuvieron buena resolución con valores mayores a 1.5 y buena eficiencia con número de platos teóricos (N) mayores a 9200, además de que se disminuyó el tiempo de análisis a 11 minutos.

En lo que concierne a la validación del sistema cromatográfico en línea, se obtuvieron buenos recobros mayores a 80%. La repetibilidad es aceptable (%C.V. < 20) para el orden de concentraciones de trabajo (ng mL⁻¹ = ppb), mientras que la linealidad también fue adecuada.

Al comparar los LQ que se obtienen con ambos sistemas se logra apreciar las ventajas de acoplar la EFS en línea con el sistema cromatográfico ya que se pueden determinar concentraciones entre 1.2 y 5.9 ng mL⁻¹ que son entre 50 y 414 veces más bajas en comparación con el sistema cromatográfico convencional. Este sistema en línea permite obtener LQ equiparables a los sistemas más sofisticados y costosos como los acoplados a espectrometría de masas.

CONCLUSIONES

- Se optimizó la separación cromatográfica de cinco diferentes filtros UV y se validó el sistema cromatográfico el cual mostró un buen desempeño.
- El acoplamiento del sistema de EFS-CLAR-UV en línea resultó exitoso ya que permitió obtener recobros mayores a 80% para todos los analitos y límites de cuantificación entre 1.2 y 5.9 ng mL⁻¹ los cuales están en el orden de las ppb.
- El sistema en línea será aplicado para el análisis de extractos de músculo de pescado para evaluar la presencia de estos analitos en muestras destinadas al consumo humano.

REFERENCIAS

- Isabel Taverniers *et al.* Trends in quality in the analytical laboratory. II. Analytical method validation and quality assurance, TrAC Trends in Analytical Chemistry, 23, 8, 2004, 535-552.
- José J. Olmos-Espejel *et al.* Extraction and analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons and benzo[a]pyrene metabolites in microalgae cultures by off-line/on-line methodology based on matrix solid-phase dispersion, solid-phase extraction and high-performance liquid chromatography, Journal of Chromatography A, 1262, 2012, 138-147.

AGRADECIMIENTOS

Investigación financiada gracias a los programas PAPIIT Clave: IA204717 y PAPIME 208418.