

## GUÍA PARA SOLUCIONAR PROBLEMAS DE MICROEXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA



### Cómo Localizar y Resolver un Problema

La microextracción en fase sólida (SPME) es una técnica nueva, no utiliza disolventes, rápida, económica y versátil. La SPME ha sido aceptada ampliamente como una de las técnicas de referencia para muchas aplicaciones. En algunas ocasiones surgen problemas como en cualquier proceso analítico. La etapa más importante en la solución de un problema, en el menor tiempo posible, será la identificación de la causa que generó el problema. La solución sistemática de los problemas de SPME se describe en esta guía, permitiendo resolver de forma rápida varios problemas posibles. La guía contiene numerosos consejos útiles para prevenir los problemas de SPME antes de que éstos ocurran, así como, una tabla que contiene un listado de soluciones para los problemas, clasificados según los indicios de los problemas más comunes en SPME, su posible causa y los remedios sugeridos. Siguiendo estas recomendaciones, se ahorrará tiempo y dinero.

|  |    |
|--|----|
| Sugerencias generales                    | 2  |
| Aislado el origen del problema           | 2  |
| Consejos para la prevención de problemas | 3  |
| Tabla de soluciones de problemas         | 9  |
| Productos útiles                         | 20 |

# SPME





## Sugerencias generales

La forma más rápida y eficaz de solucionar los problemas de SPME es observar, detalladamente, los parámetros del proceso analítico empleado. También, es importante el historial tanto del proceso analítico como del sistema y su relación con la fibra empleada, el muestreo, las condiciones de desorción, el estado del inyector, la columna analítica y la respuesta del detector.

La documentación completa del mantenimiento del sistema (cambio de fibra, el cambio del *liner*, el estado de la entrada y salida de la columna analítica, el detector, etc.) es muy útil para detectar el último cambio realizado.

Igualmente, es importante relacionar los problemas surgidos con la información recogida, en la documentación, de las variaciones realizadas tanto en el mantenimiento del sistema como en el proceso analítico.

Material y actuaciones necesarios para solucionar problemas de SPME:

- Fibras auxiliares nuevas
- Columna auxiliar nueva
- Test de control de fibra con eficiencia conocida
- Test de control de la columna de eficiencia conocida
- Septum y *liner* para repuesto para el inyector
- Viales de muestreo con sus correspondientes septum y sellos
- Soporte de fibras SPME manual "Holder"
- Manuales e instrucciones de la instrumentación y productos empleados

## Aislando el origen del problema

### Realizar un estudio sistemático

Observar, cuidadosamente, los indicios de los fallos encontrados (por ejemplo, no se detecta ningún pico, se detectan picos extraños, etc.), buscar las soluciones, a dichos problemas, en la tabla 1 (página 9). Al lado de cada indicio hay un listado de las posibles causas para el problema observado. Repasar sistemáticamente las posibles causas y obtener la solución. Comenzar el proceso de eliminación con la causa más probable para una situación específica, entonces aplicar las soluciones propuestas de manera sistemática. Conociendo la relación causa-efecto de los cambios realizados y detectando el origen del problema nos acercaremos a la solución de la forma mejor y más eficaz.

La tabla 1 contiene la solución a la mayoría de los problemas que se pueden encontrar en SPME. Al tener un problema no descrito en la tabla, se puede determinar la causa y solucionarlo, sistemáticamente, aislando el problema en uno de los cuatro pasos: muestreo,



desorción, análisis o producto. A continuación, se presenta un esquema general para aislar un problema:

**Paso 1:** Eliminar el muestreo, la desorción y la fibra de SPME del proceso analítico inyectando, directamente, una mezcla de patrones que contenga los compuestos de interés.

Se obtendrá un resultado de prueba que proporcionará información para evaluar el sistema cromatográfico.

Si los resultados demuestran que el problema persiste, centrar la atención en el puerto de inyección, columna o detector. Si el problema desaparece pasar al paso siguiente.

**Paso 2:** Posteriormente, reemplazar la muestra por otra muestra limpia (agua desionizada o arena) enriquecida con la mezcla de patrones. Probar este control con las mismas condiciones utilizadas anteriormente.

**Paso 3:** Analizar la fibra empleada en el paso anterior aplicando las mismas condiciones analíticas que se utilizaron previamente.

Si los resultados muestran que el problema persiste, continuar con el paso 4.

Si el problema desaparece, se demuestra que ni la fibra de SPME ni el proceso de desorción son las causas del problema. La causa más probable será la matriz de la muestra y su efecto sobre el equilibrio o sobre la fibra. Experimentar con las condiciones de muestreo (espacio de cabeza, inmersión, duración, temperatura, pH, presencia de sal, agitación, etc.) para definir los parámetros experimentales óptimos para esa matriz. Así como en cualquier técnica de preparación de muestra, los cambios en la matriz de la misma afectarán a la precisión, exactitud, y resultados cromatográficos.

**Paso 4:** Si el problema persiste realizar las pruebas siguientes:

- Vial de muestreo- cambiar el vial y su septum y asegurarse de usarlos previamente limpios mediante calentamiento o lavado.
- Fibra- Cambiar la fibra por una de control comprobada con antelación. En caso de no disponer de fibra de control realizar el cambio por una nueva ya acondicionada. También, se puede realizar un análisis de la misma fibra sin el paso de muestreo.
- Posición de la fibra - asegurarse de que la fibra esté en la posición adecuada durante el muestreo.

Si existen dificultades para aislar el problema, llame a nuestro Servicio Técnico al 900101376 o envíe un correo electrónico a [serviciotecnico@sial.com](mailto:serviciotecnico@sial.com).



## Consejos para la prevención de problemas

### *Procedimiento de muestreo*

El tiempo de extracción es crítico para que la muestra alcance el equilibrio con el recubrimiento de la fibra de SPME. La extracción, en general, dura entre 15-20 minutos pero puede ser de 30 segundos. La extracción en el modo de espacio de cabeza, normalmente, es más corta que la de inmersión. El tiempo de extracción dependerá del

tamaño y concentración de los compuestos, el recubrimiento de la fibra y la forma de extracción empleada. El tiempo de extracción puede ser menor cuando se están:

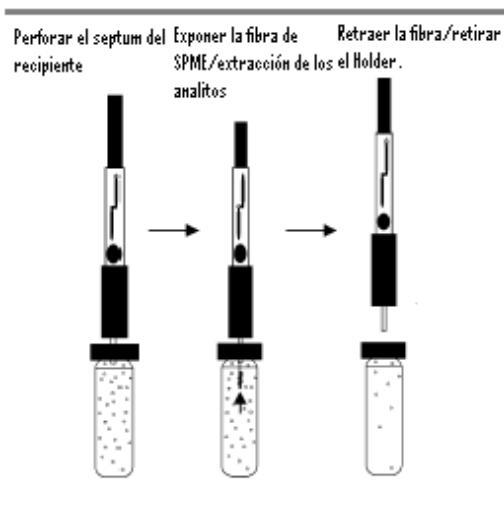
- analizando compuestos pequeños (<150 Mm)
- Utilizando fibras de recubrimiento más fino.
- Usando la técnica de espacio de cabeza.
- Trabajando con muestras de alta concentración (rango alto de ppb o ppm).

### *Procedimiento de extracción*

**La temperatura** de extracción es crítica para la cuantificación. Se debe aplicar siempre una temperatura constante, en todas las extracciones, para obtener buena precisión. Durante la extracción en modo de espacio de cabeza la aplicación de calor ayudará a desprender los analitos de la muestra, mejorando así la sensibilidad y acortando el tiempo de extracción. Hay que tener en cuenta, que el muestreo en espacio de cabeza en SPME requiere temperaturas más bajas que las aplicadas en espacio de cabeza tradicional. Si en SPME la temperatura es demasiado alta puede expulsar los analitos de la fibra y reducir, en conjunto, la sensibilidad.

Particularmente, cuando se utiliza fase líquida y fibras absorbentes de tipo PDMS. En general, no es necesario calentar la muestra en extracción de inmersión. Para algunas aplicaciones con componentes no volátiles o semivolátiles, de alto punto de ebullición, una pequeña cantidad de calor aplicada a la muestra puede acortar el tiempo de equilibrio.

**La agitación** de la muestra es importante para reducir el tiempo de equilibrio y mejorar su exactitud y precisión. Siendo crucial cuando se analizan compuestos semivolátiles por





muestreo de inmersión. Habrá que mantener una agitación constante, en todas las extracciones, para obtener una buena precisión.

Agitación, ultrasonidos y vibración son los métodos convenientes para agitar la muestra. También se puede utilizar la agitación en extracción de espacio de cabeza. En general, la agitación acortará el tiempo de extracción en espacio de cabeza y garantizará mejor precisión en los resultados.

***Ajustando el pH ó añadiendo sal*** puede mejorar la eficacia de la extracción, cambiando la solubilidad de los analitos en la muestra.

La adición de 25-30% (peso/volumen) de cloruro de sodio aumentará la fuerza iónica de la muestra reduciendo la solubilidad de los analitos. La adición de sal es especialmente útil para la determinación de analitos polares en agua. Se debe regular el pH de la muestra para

disminuir la solubilidad de los analitos, mejorando la volatilidad de ácidos y bases manteniendo constante el pH en las extracciones. Para los analitos ácidos se regulará la muestra por debajo de pH 2 y para los analitos básicos por encima de pH 11. No utilizar fibras recubiertas con Carbowax-DVB a pH superior a 9.

No se deben utilizar ácidos minerales o sales de hidróxido en el ajuste del pH de la muestra. Se recomienda utilizar tampones fosfato a 0.1 M para obtener un rango de pH entre 2 y 11.

***La sensibilidad del muestreo de espacio de cabeza*** es mejor cuando el volumen es pequeño. Se recomienda mantener el volumen del espacio de cabeza entre el 30% y 50% del vial. Cuando el volumen del espacio de cabeza es pequeño la fibra retiene mayor cantidad de analitos, el análisis es más rápido y de mayor eficacia. Se puede utilizar un volumen de espacio de cabeza más grande, en algunos casos, con muestras de alta concentración. Es muy importante mantener el volumen de espacio de cabeza y el tamaño del vial constantes. Se debe situar la fibra, siempre, a la misma profundidad en el espacio de cabeza para mejorar la reproducibilidad. Si la matriz contiene proteínas como suero y sangre, es aconsejable eliminar las proteínas de la muestra antes de proceder a la extracción en modo de espacio de cabeza.

***La sensibilidad del muestreo de inmersión*** mejora llenando el vial de muestreo como mínimo al 80%. Para lograr resultados reproducibles se recomiendan volúmenes de muestra entre 1 mL y 5 mL, utilizando el mismo volumen para todas las extracciones. El muestreo de inmersión es mejor en muestras de agua a concentraciones bajas.

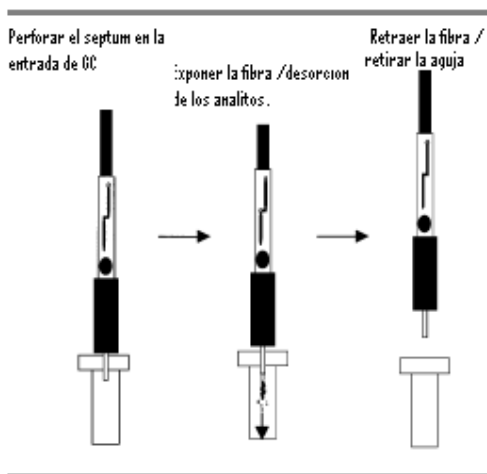
Cuando se utiliza la inmersión con muestras que contienen azúcares, proteínas y partículas sólidas, es conveniente enjuagar la fibra en agua antes de realizar la desorción. De esta forma se alargará la vida de la fibra y se reducirá la contaminación del puerto de inyección. Es mejor no sumergir la fibra en aceites, pero en caso necesario, puede limpiar la fibra ligeramente antes de la desorción. Situar la fibra por debajo de la superficie de la muestra, solamente, para muestreo de inmersión y mantenga esta posición, constantemente, para todas las extracciones.



Los **viales de muestreo y sus septa** pueden ser una fuente de contaminantes y, frecuentemente, se confunde con un problema relacionado con la fibra. Se recomienda, para muestreos de SPME, calentar los septum a 150°C durante dos horas antes de su empleo y usar, siempre, viales pre-limpios.

**Para prevenir que se doble la aguja** en el proceso de muestreo manual de SPME:

- Ajustar la aguja de SPME a profundidad de 0.2 mm del embolo de acero inoxidable (primera señal por encima del cero). Así la aguja sobresaldrá unos 3 mm por debajo de la base de la pieza negra del holder.
- Sujetar el inferior de la pieza negra del holder de SPME y ponerlo encima del septum del vial de muestreo.
- Sostener el vial de muestreo y la base del holder negro de SPME, firmemente, con una mano.
- Girar el embolo de acero en el sentido de las agujas del reloj con la otra mano.
- Seguir girando el embolo hasta que alcance la profundidad deseada (normalmente se oye un estallido cuando la aguja perfora el septum).
- Exponer la fibra y realizar el muestreo como de costumbre.



### **Procedimiento de Desorción**

En SPME es necesario aplicar la modalidad de **inyección sin división de flujo** en el GC para preconcentrar los analitos en la cabeza de columna. Cerrar la válvula de ventilación del divisor de flujo en el GC como mínimo dos minutos, durante la desorción de la fibra.

Utilizar los **liner de diámetro interno estrecho** (0.75mm ID) para reducir el ensanchamiento de los picos cromatográficos, minimizando el volumen muerto, durante la transferencia de los analitos a la columna.

El uso de **septum pre-perforados** y de bajo sangrado (Thermogreen™ LB-2) o un **sistema de inyección sin septum** como el Merlin

Microseal™ se recomienda para reducir o eliminar cortes en el septum del puerto de inyección que producirán contaminaciones, cromatogramas incorrectos y la rotura de la fibra.



**Para prevenir que se doble la aguja** en el proceso de desorción seguir estos pasos:

- Ajustar la aguja de SPME a profundidad de 0.2 mm del embolo de acero inoxidable (primera señal por encima del cero). Así la aguja sobresaldrá unos 3 mm por debajo de la base de la pieza negra del holder.
- Poner la aguja de la fibra en el puerto de inyección, en caso de uso de la guía de entrada SPME introducir la pieza negra del holder por la guía al máximo.
- Sujetar el inferior de la pieza negra del holder de SPME, firmemente, con una mano.
- Girar el embolo de acero en el sentido de las agujas del reloj con la otra mano.
- Seguir girando el embolo hasta que alcance la profundidad deseada (normalmente se oye un estallido cuando la aguja perfora el septum).
- Exponer la fibra y realizar la desorción como de costumbre.

### ***Procedimiento analítico***

Sugerimos repasar las guías para solucionar problemas de GC capilar (T112853) y de HPLC (T100826) cuando se detecte un problema relacionado con el puerto de inyección, la columna o el detector. Estas guías proporcionan consejos útiles para mejorar el procedimiento de análisis.


### ***Productos relacionados con SPME***

El empleo de fuerza excesiva sobre la fibra durante el muestreo o el análisis puede generar la rotura de la fibra de SPME. Se recomienda utilizar fibras de StableFlex™ cuando su aplicación sea posible. Las fibras StableFlex™ que fabricamos con sílice fundida flexible, suelen durar más y son más resistentes.

Los accesorios de SPME como la guía de entrada, estante de muestreo SPME, agitador magnético/calentador, barras magnéticas y termómetro mejorarán la reproducibilidad y facilitarán el muestreo y la desorción.

No exponer las fibras con recubrimiento de PDMS a los disolventes no-polares y las de Carbowax a los disolventes polares. Debido a que se dañaría la fibra al retraerla por el hinchamiento de ésta. El daño puede incluir la rotura, rallado o caída del recubrimiento de la fibra. Para evitar este problema, diluir la muestra con agua antes de la extracción reduciendo así el porcentaje del disolvente orgánico a menos del tres por ciento (<3%).

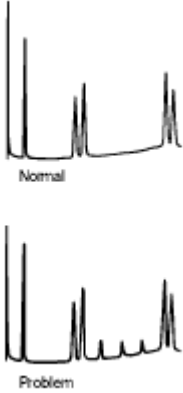
Tabla 1: Soluciones de problemas

| Problema /Indicio   | Causa posible   | Remedio   |
|---|---|---|
| <p>1. No se observan picos cromatográficos en el análisis de GC</p>  | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Problemas del instrumento (A)</li> <li>2. Inyección con división de flujo (D)</li> <li>3. La concentración de los analitos es demasiado baja para ser detectados (M)</li> <li>4. Los disolventes presentes en la muestra compiten con los analitos de interés (M)</li> <li>5. El volumen del espacio de cabeza es demasiado grande para establecer el equilibrio con la fibra (M)</li> <li>6. El recubrimiento de la fibra está deteriorado (P)</li> <li>7. La fibra de SPME usada no es la adecuada</li> </ol> | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Inyectar una mezcla patrón para verificar la respuesta del detector; consultar la guía para solucionar problemas de GC capilar.</li> <li>2. Aplicar la inyección sin división de flujo durante 2 min.</li> <li>3. Comenzar con una concentración conocida (1ppm) de los analitos en agua desionizada. Optimizar la extracción ajustando el tiempo de extracción, la temperatura, el pH y la concentración de sales.</li> <li>4. Minimizar la cantidad de disolventes en la muestra a &lt;3%, diluyendo la muestra con agua.</li> <li>5. Reducir el espacio de cabeza al 50% o menos, agitar la muestra rigurosamente o aumentar la temperatura de muestreo.</li> <li>6. Cambiar la fibra. Las fibras son reutilizables y suelen durar, aproximadamente, unos 50 análisis.</li> <li>7. Consultar servicio técnico (900 101376, <a href="mailto:serviciotecnico@sial.com">serviciotecnico@sial.com</a>),</li> </ol> |

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

|   |   |  |
|---|---|--|
|   | <p>para la extracción (P)</p> <p>8. Hay una fuga en el puerto de inyección (D)</p> <p>9. Hay una fuga en el vial de la muestra (M)</p> <p>10. Hay pérdidas durante el transporte de la fibra desde el lugar de toma de muestra hasta el laboratorio (M)</p> | <p>para la selección de la fibra apropiada para la aplicación prevista.</p> <p>8. Reemplazar el septum y apretar la tuerca adecuadamente.</p> <p>9. Reemplazar el septum del vial y sellar éste adecuadamente.</p> <p>10. Mover el embolo, que ajusta el nivel de profundidad del muestreador portátil de campo, a la parte superior para que el final de la aguja esté totalmente dentro del septum del muestreador. Si la fibra se guarda, durante más de un día, se recomienda mantenerla a temperatura sub-ambiente. Dando lugar a disminuir la posibilidad de rotura de la fibra y a la pérdida de muestra que podría ocurrir a temperaturas más altas.</p> |
| <p>2. Se observan picos cromatográficos extraños en el análisis</p> | <p>1. El septum empleado en el vial de muestreo o en el puerto de inyección emite contaminantes orgánicos (M/A)</p> <p>2. La fibra no está acondicionada correctamente antes del muestreo (P)</p>   | <p>1. Usar el septum Thermogreen LB-2 en el puerto de inyección.</p> <p>2. Acondicionar la fibra a la temperatura recomendada en la hoja de instrucciones de la fibra. Una vez acondicionada la fibra, solamente, son necesarios de 1 a 2 minutos para limpiarla después de cada análisis.</p>   |

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

|  |  |  |
|--|--|--|
|  <p>The 'Normal' chromatogram shows four distinct, well-resolved peaks. The 'Problem' chromatogram shows the same four peaks, but they are significantly broader and overlap, making them difficult to distinguish.</p> | <p>3. El <i>liner</i> está contaminado o contiene partículas del septum (D)</p> <p>4. Los analitos quedan retenidos en la cabeza de la columna del GC ya que el gradiente de temperatura empleado no fue suficientemente adecuado para eluir los analitos (A)</p> <p>5. Solapamiento de otros analitos con los analitos de interés (A)</p> <p>6. La saturación de la fibra con altas concentraciones de analitos en el análisis anterior (P)</p> <p>7. La contaminación indirecta del ambiente del laboratorio (M)</p> | <p>3. Reemplazar el <i>liner</i> de la entrada. Utilizar un septum pre-perforado o un sistema sin septum (por ejemplo Merlin Microseal)</p> <p>4. Completar el programa de temperatura del análisis GC antes de realizar otro análisis de SPME y mantener la temperatura de la columna a 150° C cuando no se utilice.</p> <p>5. Cambiar la columna de GC o el programa de gradiente de temperatura.</p> <p>6. Limpiar la fibra en las condiciones recomendadas durante varios minutos adicionales.</p> <p>7. No exponer la fibra al ambiente del laboratorio durante los pasos de muestreo o inyección. Realizar análisis de control, del blanco, empleando el mismo proceso analítico para determinar si existe contaminación indirecta del ambiente del laboratorio.</p> |
|--|--|--|

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

|   |  |   |
|---|--|---|
|   | <p>8. La contaminación indirecta durante el transporte de la fibra desde el lugar de la toma de muestra (M)</p>  | <p>8. Mover el embolo, que ajusta el nivel de profundidad del muestreador portátil de campo, a la parte superior para que el final de la aguja esté totalmente dentro del septum del muestreador. Si la fibra se guarda, durante más de un día, se recomienda mantenerla a temperatura sub-ambiente. Para reducir la posibilidad de contaminación indirecta de la muestra.</p>  |
| <p>3. - El embolo del holder está muy duro y no se puede empujar con normalidad</p> | <p>1. La abertura de la aguja de la fibra está obstruida con un trozo de septum (D)</p> <p>2. La exposición de la fibra a disolventes que hincharon su recubrimiento (M)</p> <p>3. El pequeño tornillo de la parte superior del holder está muy apretado (P)</p> | <p>1. La tuerca del septum del puerto de inyección está muy apretada. Aflojar la tuerca, ligeramente, para mejorar la inyección. Usar un septum preperforado o un sistema de inyección sin septum (por ejemplo Merlin Microseal)</p> <p>2. No exponer las fibras recubiertas con PDMS a disolventes no-polares como el pentano, cloruro de metileno, o dietiléter. No exponer las fibras tipo Carbowax a disolventes polares.</p> <p>3. Aflojar el tornillo pequeño de la parte de arriba, ligeramente, en el ensamblaje del holder para permitir el movimiento libre del embolo.</p> |

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

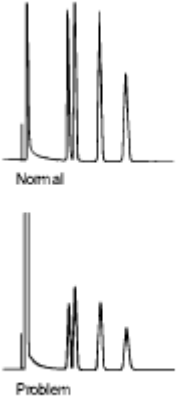


|  |  |   |
|--|--|---|
|  | <p>3. El septum del vial o del puerto de inyección está muy apretado (S/D)</p> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Ajustar la aguja de SPME a profundidad de 0.2 mm del embolo de acero inoxidable (primera señal por encima del cero). Así la aguja sobresaldrá unos 3 mm por debajo de la base de la pieza negra del holder.</li> <li>• Poner la aguja de la fibra en el puerto de inyección, en caso de uso de la guía de entrada SPME introducir la pieza negra del holder por la guía al máximo.</li> <li>• Sujetar el inferior de la pieza negra del holder de SPME, firmemente, con una mano.</li> <li>• Girar el embolo de acero en el sentido de las agujas del reloj con la otra mano.</li> <li>• Seguir girando el embolo hasta que alcance la profundidad deseada (normalmente se oye un estallido cuando la aguja perfora el septum).</li> <li>• Exponer la fibra y realizar la desorción como de costumbre.</li> </ul> <p>3. Aflojar el cierre del vial o la tuerca del septum del puerto de inyección ligeramente.</p> |
|--|--|---|

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

|  |   |   |
|--|---|---|
| <p>La aguja se dobla con los sistemas de inyección automatizados</p> | <p>4. El septum del vial de muestra o del puerto de inyección es demasiado grueso o está recubierto con material duro (S/D)</p> <p>5. El <i>liner</i> tiene pared muy gruesa o está relleno con material adsorbente (D)</p> <p>6. - La aguja no está alineada con el puerto de inyección o con el vial de muestra (S/D)</p> | <p>4. Usar septum LB-2 para el puerto de inyección y septum de silicona/teflón con los viales de muestreo. Acortar la cantidad de aguja expuesta en el holder de SPME a 0,5 pulgadas (≈1 centímetro) antes de punzar el septum del vial. Ajustar la aguja del holder a la profundidad deseada para el muestreo. No usar septum de tipo caucho butílico.</p> <p>5. Usar <i>liner</i> para splitless más grandes (0,75 mm ID o mayor) y sin lana de vidrio ni adsorbentes.</p> <p>6. Alinear la aguja en el inyector automático con el puerto de inyección.</p> |
| <p>5. Rotura de la fibra</p>   | <p>1. La fibra no se retractó en la aguja protectora antes de retirar el Holder del vial de muestra o del puerto de inyección (S/D)</p> <p>2. La abertura de la aguja de la fibra está obstruida con un trozo de septum (D)</p>   | <p>1. Retraer la fibra en la aguja durante la inserción en el vial/puerto de inyección y durante su retirada.</p> <p>2. La tuerca del septum del puerto de inyección está muy apretada. Aflojar la tuerca, ligeramente, para mejorar la inyección. Usar un septum preperforado o un sistema de inyección sin septum (por ejemplo Merlin Microseal)</p>  |

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

|   |   |   |
|---|---|---|
| <p>6. Baja reproducibilidad</p>  | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Variaciones de tiempo y temperatura durante el muestreo (M)</li> <li>2. Variación de la posición de la profundidad de la fibra entre muestreos (M)</li> <li>3. Variación del pH o de concentración de sales entre muestreos (M)</li> <li>4. No se alcanza el equilibrio durante la extracción (M)</li> <li>5. Variación del contenido orgánico en las muestras (M)</li> </ol> | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. El tiempo de extracción y la temperatura son las dos condiciones más críticas de control. Usar cronómetro y termómetro calibrados para asegurar la reproducibilidad de los resultados. Recordar que las fluctuaciones de la temperatura ambiente influirán en la temperatura de la muestra.</li> <li>2. Poner la fibra, justo, por debajo de la superficie de la muestra para muestreo de inmersión y por encima durante el muestreo de espacio de cabeza.</li> <li>3. Aplicar, uniformemente, para todas las extracciones los ajustes realizados a las muestras de pH o sales.</li> <li>4. Determinar el tiempo mínimo de equilibrio utilizando una mezcla patrón y controlar las condiciones de extracción. Observar que no es necesario el equilibrio total para obtener resultados reproducibles en todas las aplicaciones.</li> <li>5. Diluir las muestras para minimizar las interferencias del disolvente o utilizar muestreo de espacio de cabeza para minimizar el efecto del</li> </ol> |
|---|---|---|

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

|  |   |   |
|--|---|---|
|  | <p>6. Variación del volumen de espacio de cabeza en los viales entre muestreos en el modo de extracción espacio de cabeza (M)</p> <p>7. Muestras sólidas que no liberan los analitos para su extracción (M)</p> <p>8. Algún analito compite desplazando a los compuesto de interés o interfiere con ellos (M)</p> <p>9. Las condiciones de desorción no son reproducibles (D)</p> <p>10. No agitar durante el muestreo o agitar de forma insuficiente (M)</p> | <p>disolvente. Usar patrón interno, <i>surrogate</i> o el método de adición estándar para disminuir el efecto matriz.</p> <p>6. Minimizar el volumen del espacio de cabeza al 50% o menos y agitar la muestra. Mantener el mismo volumen del espacio de cabeza y las condiciones de agitación para todas las extracciones.</p> <p>7. Triturar el sólido en partículas pequeñas, agregarlo a una cantidad conocida de agua pura, aplicar calor y agitar.</p> <p>8. Reducir el tiempo de extracción para minimizar las interferencias o el desplazamiento de los analitos de interés.</p> <p>9. Verificar que la posición de profundidad de la fibra, el tiempo de desorción, la temperatura y las condiciones de splitless son uniformes. Utilizar un sistema de SPME automatizado para mejorar la reproducibilidad.</p> <p>10. Usar una barra agitadora o sistema de ultrasonidos para agitar la muestra durante el muestreo. Mantener constantes las condiciones de agitación para todas las extracciones tanto muestra como patrón.</p> |
|--|---|---|

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

|                                    |  |  |
|------------------------------------|--|--|
|                                    | <p>11. Variación en los volúmenes de muestra entre muestreos (M)</p>   | <p>11. Mantener los volúmenes constantes para todas las extracciones.</p>  |
| <p>7. Decoloración de la fibra</p> | <p>1. Oxidación de la fibra durante el acondicionamiento o la desorción (S/D)</p> <p>2. Exposición de la fibra a altas temperaturas durante la desorción (D/P)</p> | <p>1. Minimizar la concentración del oxígeno en el gas portador, acondicionar las fibras con flujo de gas libre de oxígeno. Reducir la temperatura del puerto inyección a la máxima recomendada para la fibra. Los recubrimientos de Carbowax/DVB son especialmente sensibles a la temperatura (se recomiendan temperaturas &lt;260° C).</p> <p>2. Generalmente, no afecta al comportamiento de la fibra. Minimizar, siempre, la concentración del oxígeno en el gas portador, en GC, para evitar la oxidación del recubrimiento de la fibra. Las fibras recubiertas con poliacrilatos se decoloran a temperaturas superiores a 280° C. Las de Carbowax/DVB pueden oscurecerse ligeramente con el uso, sin embargo, si la fibra se pone de color marrón bajar la temperatura del puerto de inyección (se recomiendan 265° C como máximo) y comprobar la presencia de fuga en el sistema.</p> |

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

|   |   |  |
|---|---|--|
| <p>8. El tiempo de vida de la fibra es menor que el experimentado previamente</p> | <p>1. Oxidación de la fibra durante el acondicionamiento o la desorción (S/D)</p> <p>2. Deterioro del recubrimiento de la fibra (P)</p> <p>3. La exposición de la fibra a disolventes que modificaron su recubrimiento (M).</p> | <p>1. Minimizar la concentración del oxígeno en el gas portador, acondicionar las fibras con flujo de gas libre de oxígeno. Reducir la temperatura del puerto inyección a la máxima recomendada para la fibra.</p> <p>2. Sustituir la fibra. Las fibras son reutilizables y durarán por término medio para 50 inyecciones.</p> <p>3. No exponer las fibras recubiertas con PDMS a disolventes no-polares como el pentano, cloruro de metileno, o dietiléter y las de Carbowax a disolventes polares.</p> |
|---|---|--|

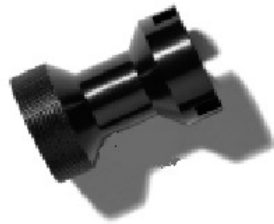
## Productos complementarios

### Septum



| Description                 | Pkg   | Cat. No. |
|-----------------------------|-------|----------|
| 9.5 mm                      | 50 ea | 28670-U  |
| 9.5 mm, with injection hole | 50 ea | 28331-U  |
| 10 mm                       | 50 ea | 28673-U  |
| 10 mm, with injection hole  | 50 ea | 28333-U  |
| 11 mm                       | 50 ea | 28676-U  |
| 11 mm, with injection hole  | 50 ea | 28336-U  |
| Plug (for Shimadzu®)        | 50 ea | 20633    |

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo



*Guía de inyección*

**SPME inlet Guide      57356-U**

**Merlin Microseal**

*For Hewlett-Packard GC Models 5800, 5900 series, 6890*

1 nut and 2 septa

24814-U

1 nut and 1 septum

24815-U

1 replacement septum

24816-U

*For Varian GC Models 3400, 3800*

1 Varian nut, 1 septum, and 1 inlet adapter

24817-U

1 replacement septum

24818-U



**LINERs**

[www.sigmaaldrich.com/catalog/search/TablePage/9644409](http://www.sigmaaldrich.com/catalog/search/TablePage/9644409)

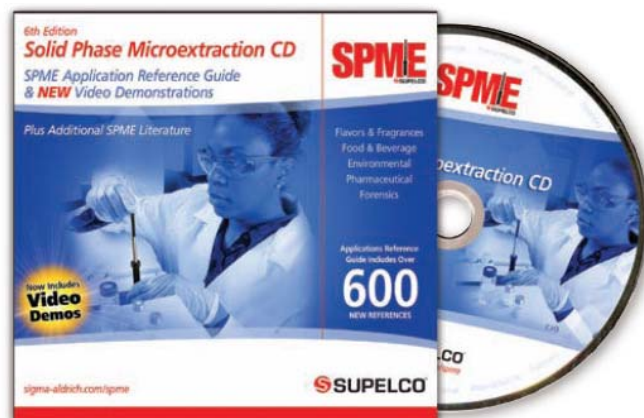


A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo

## CLUB USUARIOS SPME

- Suscripción gratuita a e \_ boletín "SPME club".
- Acceso a novedades y noticias sobre la técnica.
- Descuentos e inscripción preferente en cursos y seminarios.
- Ofertas exclusivas.
- Foro para compartir experiencias y conocimientos.

Suscríbase en: [www.sigmaaldrich.com/registro\\_club\\_spme](http://www.sigmaaldrich.com/registro_club_spme)



**SOLICITE SU COPIA (código CJQ)**

[espmarketing@sial.com](mailto:espmarketing@sial.com)

**Teléfono 900 10 13 76**

A = relativo al análisis    D = Relativo a la desorción    P = Relativo al producto    M = Relativo al muestreo