

Boletín Usuarios SPME



e-boletín nº 3; año 2007.


Editor Dr. Nour Kayali.



Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 3, año 2007. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

Carta del editor,



Después de una larga jornada de trabajo, buscando alguna cadena de radio para escuchar, durante el regreso a casa en coche, de repente, oigo al locutor pronunciando “Microextracción en fase sólida”. Sí, “fase” no es falta de ortografía, lo pronunció en más de una ocasión, me dejó asombrado, no sabía de que hablaba, pero al rato lo describía como una técnica novedosa de análisis químico empleada para la determinación de restos de explosiones en el día fatídico del 11 M. Entonces, me di cuenta de que estaba hablando de la Microextracción en fase sólida y no en fase sólida. Hablaba del problema de los resultados de análisis que no coincidían y eran confusos. En todas las muestras analizadas se detectó el dinitrotolueno, DNT, componente de algunas dinamitas como “Titadine”. Ya sabéis de lo que hablo, el jaleo montado por los medios de comunicación, no se ponían de acuerdo y cada uno opinaba según sus...

Se mezclaron los buenos profesionales con los malos, los sinceros con los mentirosos, así dejaron a los lectores fuera de combate. Desgraciadamente, nadie coincide con nadie en las conclusiones. Me llamó la atención un largo artículo en un periódico nacional, el cual no quiero indicar su nombre ni a que lado está inclinado, presentaba información sobre resultados analíticos, por SPME-GC/MS, de numerosas muestras de restos de explosiones del 11-M, dando a entender que dichos análisis fueron realizados por la policía científica española. Lo más destacable fue que en todas las muestras estaba presente el DNT. Lo primero que pensé, lo pensaría también cualquier experto en SPME, puede haber efecto memoria generado por la alta concentración del patrón empleado en la optimización del método analítico, pero conociendo algunos colegas de la policía científica y su gran experiencia en SPME, me decía a mí mismo que no es posible que se despisten tanto, más, por la importancia y gran seriedad de los análisis.



SIGMA-ALDRICH

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 3, año 2007. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

Entonces, decidí chequear el efecto memoria con la fibra “pdms/dvb/carboxeno” empleada en estos análisis. Preparamos cuatro viales, los cuales correspondían a uno vacío (A) y otros tres con la misma cantidad y naturaleza de muestra. Se enriqueció una muestra con un patrón de DNT (B), otra con el mismo disolvente del patrón (C) y a la tercera no se le adicionó nada (D). La secuencia del análisis fue A, B, D y C. Los resultados de los análisis de A, D y C dieron negativo y el de B dio positivo. Estos ensayos confirman la no existencia del efecto memoria cuando se analiza el DNT con la fibra “pdms/dvb/carboxeno”. Lamentablemente, los resultados publicados en dicho periódico siguen siendo incomprensibles.



Dr. Nour Kayali
Unidad de Espectrometría de Masas
Facultad de Ciencias Químicas
Universidad Complutense de Madrid
28040-Madrid

kayali@quim.ucm.es



SIGMA-ALDRICH

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 3, año 2007. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

MANUAL SOLUCIÓN DE PROBLEMAS EN SPME:

Se presenta el manual de SPME en el que se indica como resolver los mas frecuentes problemas que surgen en el uso de esta técnica de preparación de muestra, el manual consta de las siguientes secciones:

- Sugerencias generales
- Aislado el origen del problema
- Consejos para la prevención de problemas
- Tabla de soluciones de problemas
- Productos que ayudan útiles

La guía contiene valiosos y eficaces consejos para aislar y prevenir los problemas. También, presenta una amplia tabla de soluciones de problemas con los remedios sugeridos para resolverlos. En la tabla se plantean los problemas siguientes:

- **Desaparición de picos cromatográficos en el análisis de GC.**
- **Presencia de picos cromatográficos extraños en el análisis.**
- **Dificultad para manejar el embolo del *holder* con normalidad.**
- **Deformación de la aguja durante la inyección en el vial de la muestra, en el puerto de inyección del GC o en los sistemas de inyección automatizados.**
- **Rotura de la fibra.**
- **Baja reproducibilidad.**
- **Decoloración de la fibra.**
- **Menor duración de la fibra respecto a lo experimentado previamente.**

Al final de la guía se exponen accesorios de interés para la SPME. Siguiendo las recomendaciones expuestas en el manual se ahorrará tiempo y dinero.

No dude en visitar el CLUB de USUARIOS de SPME para hacerse con su copia o solicítela Sigma-Aldrich, espmarketing@sial.com

www.sigma-aldrich.com/club_spme



SIGMA-ALDRICH

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 3, año 2007. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

CONSEJO PRÁCTICO

Si el encapsulado del vial no se realiza adecuadamente y se aprieta demasiado el sello, con el encapsulador manual, se produce endurecimiento del septum, dando lugar a que la aguja de la fibra no pueda atravesarlo, doblándose la aguja y rompiendo la fibra al exponerla. En este caso, aparecerán restos de la fibra en la superficie del vial utilizado en el muestreador automático de SPME, como puede observarse en la fotografía.



Para evitar que la fibra se rompa se recomienda el uso de viales y sellos de rosca en los inyectores automáticos de SPME¹, los cuales son fáciles de manejar y se puede controlar el sellado del vial sin convertir el septum en una capa dura que impida el paso de la aguja de la fibra con normalidad.

¹ Vial para SPME 40 mL claro con boca a rosca cat# SU860097

Tapón magnético de rosca con septum de silicona/PTFE de 18mm cat# SU860101



SIGMA-ALDRICH

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 3, año 2007. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

NOTICIAS y NOVEDADES

- Dos nuevas fases se incorpora a nuestro catálogo de fases para SPME.
 - 15 μm Carbowax Z / Polydimethylsiloxane PDMS sobre fibra de metal.

Esta fibra esta específicamente diseñada para la extracción de dioxinas co-planares, PCBs y furanos desde un disolvente hidrocarbonado. La fibra contiene como adsorbente Carbowax Z (carbón poroso grafitado) unido a una fibra con núcleo metálico con un altamente entrecruzado PDMS. Esta fibra esta optimizada para el uso con el muestreador CombiPal e inyector Merlin Microseal (fibra de 23-gauge).

15 μm Carbowax Z / PDMS; cat# **57946-U**

- 60 μm PEG (polyethylene glycol).

Con esta nueva fase se cubre el rango de mayor polaridad de los analitos y se reemplazan las antiguas fases basadas en Carbowax de menor reproducibilidad y con una mas débil unión a la fibra.

Dos modelos, uno orientado al uso del soporte manual y el otro adaptado a su uso en muestreador automático.

60 μm PEG Fiber, automuestreador; cat# **57354-U**

60 μm PEG Fiber, manual; cat# **57355-U**

AVISO

Las nuevas fibras SPME PEG (57354-U , 57355-U) son de 23 gauge de diámetro de aguja. Para los usuarios que no disponen de inyectores libres de septum (como los Merlin Microseal ó CIS) se aconseja el uso de septum pre-perforados ya que esta fibra es de mayor diámetro que las de 24 gauge. Aconsejamos el uso de los nuevos septa Termogreen LB-2 para conseguir un correcto sellado de su inyector. No dude en solicitarnos una muestra.



SIGMA-ALDRICH

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 3, año 2007. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

Congresos y seminarios

Del 9 al 14 de Septiembre de 2007 se celebrara en la ciudad Belga de Amberes la XIV edición de **EUROanalysis**, (European Conference on Analytical Chemistry).

Mas información en www.euroanalysisxiv.ua.ac.be

Del 28 de Enero al 1 de Febrero del 2008 se celebrarán, en la ciudad Belga de Brujas los Simposia:

**Tenth International Symposium on Hyphenated
Techniques in Chromatography and Hyphenated
Chromatographic Analyzers**

&

**Tenth International Symposium on Advances in
Extraction Techniques 2008**

Mas información en: www.ordibo.be/htc/index.html



SIGMA-ALDRICH

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 3, año 2007. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

Ciclo de seminarios sobre Preparación de muestras:

Se celebraran los días:

24 de Septiembre en Almería
25 de Septiembre en Córdoba
26 de Septiembre en Madrid

Con el siguiente programa de mañana:

9.00 h Recogida documentación

9.15 h Bienvenida

9.17 h Estándares y materiales de referencia certificados para análisis de trazas.

Pedro Gutiérrez. Sales Development Specialist, Analytical. Sigma-Aldrich

9.30 h Desarrollo de métodos en SPE.

Susana Manrique. Technical Service, Analytical. Sigma-Aldrich

10.15 h Conferencia invitada. "Aplicaciones de SPE al análisis de alimentos y aguas".

Dr. Fernando Lafont. SCAI-Espectrometría de Masas. Universidad de Córdoba

11.00 Café

11.30 h Nueva generación de sorbentes en SPE. Molecular Imprinting Polymer, SupelMip

Pedro Gutiérrez. Sales Development Specialist, Analytical. Sigma-Aldrich

12.00 h Automatización en la preparación de muestras líquidas y extracción en fase sólida para el análisis posterior vía HPLC, LC/MS, GC, GC/MS, UV/VIS, AA, etc..."

Emilio Alonso. Country Manager Gilson International BV- España

12.45 h Aplicaciones SPME-GC

Roberto Ferrari. European Sales Development Manager, Analytical. Sigma-Aldrich

13.30 Clausura

Mas información e inscripción:

Fatima Pueyo

Tel. : 900 10 13 76

Fax: 900 10 20 28

E_mail: espmarketing@sial.com



SIGMA-ALDRICH

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 3, año 2007. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

Con este tercer número del boletín de usuarios de SPME alcanzamos una de nuestras metas al patrocinar esta vía de comunicación entre los usuarios de la técnica en SPME, ya hay usuarios de la técnica que están encontrando soluciones a sus necesidades analíticas a través de este boletín y de las diferentes secciones del mismo.

Una forma de compartir la información y conocimientos sobre esta técnica de preparación de muestras es la de compartir las soluciones a los pequeños problemas que se plantean en el trabajo del día a día, y ponerlos al alcance de otros usuarios. En Sigma-Aldrich hemos creído que esta es una de las mejores vías para compartir experiencias y por eso invitamos a todos los lectores de este boletín a colaborar en el mismo, enviando a su editor resúmenes de sus aplicaciones o artículos científicos, problemas surgidos al trabajar con la técnica SPME (y las soluciones aportadas), dudas o consultas que origine la puesta en marcha de un método y, en resumidas cuentas, la puesta en común del día a día en el uso de SPME.

Sigma-Aldrich se compromete a colaborar y a empujar estas actividades ayudando con sus productos innovadores y de alta tecnología a encontrar los mayores logros de todos sus clientes.

No deje de visitar nuestro club de usuarios de SPME.

www.sigma-aldrich.com/club_spme



SIGMA-ALDRICH