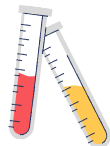


MÉTODOS FÍSICOS GENERALES DE SEPARACIÓN Y PURIFICACIÓN I

Ya tengo la muestra, ahora ¿qué sigue?



- 1 ETAPA PRE-ANALÍTICA
- 2 ETAPA ANALÍTICA
- 3 ETAPA POST-ANALÍTICA

Es la etapa preparativa de muestra que incluye el acondicionamiento de la misma y la separación de los analitos de sustancias interferentes.

Para lograr la mayor precisión y la mayor exactitud en el ensayo

INCREMENTAR LA CONCENTRACION DE ANALITOS

mediante técnicas como

ALGUNAS DEFINICIONES

Muestra: Parte representativa de la materia objeto de análisis.

Analito: Especie química objeto del análisis.

Matriz: Conjunto de todas aquellas especies químicas que acompañan al analito en la muestra.

Eluir: Extraer, mediante un líquido apropiado, una sustancia del medio sólido que la ha absorbido.

EXTRACCION EN FASE SOLIDA

Fase líquida → Muestra

Fase sólida o estacionaria → Extractante

Se basa en la partición de los compuestos entre una fase líquida y una fase sólida gobernada por fuerzas intermoleculares entre ambas fases.

ELECCION DEL ABSORBENTE

En función de:

- la estructura y propiedades fisicoquímicas del analito que se desea extraer (la polaridad y grupos funcionales)
- las características de los componentes de la muestra.

La EFS puede utilizarse para retener al analito de interés o para retener las interferencias.

MECANISMOS DE EXTRACCION

FASE REVERSA: estas retenciones implican matrices polares o moderadamente polares y una fase estacionaria no polar.

FASE NORMAL: implican analitos polares en matrices no polares o medianamente polares y fase estacionaria polar.

INTERCAMBIO IONICO: implica la transferencia de uno o más iones de la fase fluida al sólido por intercambio o desplazamiento de iones de la misma carga.

METODOLOGIA

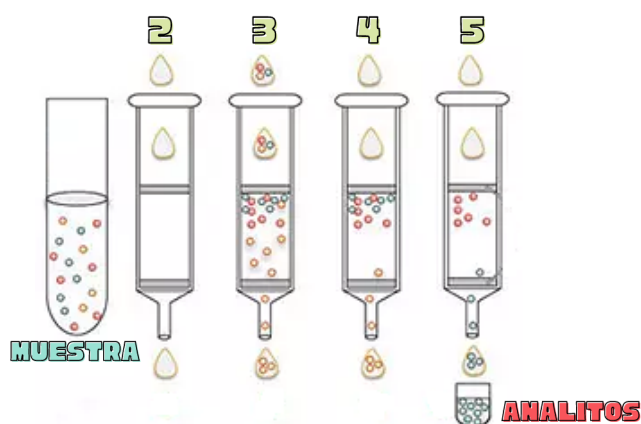
PASO 1. Seleccionar una fase estacionaria apropiada.

PASO 2. Acondicionar la fase estacionaria.

PASO 3. Transferir la muestra al cartucho de extracción.

PASO 4. Lavar el empacado.

PASO 5. Eluir el compuesto de interés.



EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO

Fase acuosa → Muestra

Fase orgánica → Solvente

Se utiliza cuando en una mezcla la diferencia entre los puntos de ebullición de los compuestos es pequeña, pero existe una marcada diferencia en sus solubilidades relativas en distintos solventes orgánicos.

CONSTANTE DE REPARTO

La partición de un soluto o analito entre dos fases líquidas inmiscibles, está regida por la Ley de Nernst:

A temperatura constante cualquier soluto se distribuirá entre dos solventes inmiscibles de forma tal que la relación de las concentraciones de equilibrio de la especie en una y otra fase es igual a una constante.

$$K_d = \frac{\text{Conc. de analito en fase orgánica}}{\text{Conc. de analito en fase acuosa}}$$

Es una técnica ampliamente utilizada en las sistemáticas aplicadas a tóxicos orgánicos fijos.



VARIABLES A CONSIDERAR

1 Estructura molecular soluto-solventes: los dos principios deben pertenecer a la misma serie homóloga o a series con ciertas propiedades comunes.

2 Valor de pH de fase acuosa: por ejemplo, para separar compuestos de carácter ácido se acondicionará el valor de pH a 3 o 4. Para compuestos alcalinos se acondicionará el valor de pH a 9.

3 Fuerza iónica de fase acuosa: si se adiciona a la muestra un electrolito fuerte se debilitan los enlaces intermoleculares de los solutos con el agua y se facilita el paso de las sustancias de interés toxicológico al solvente de extracción.

4 Área superficial expuesta: la acción del solvente aumenta significativamente cuanto más pulverizado se encuentre el comprimido sólido original.

5 Rendimiento de un proceso extractivo: se puede elevar si se practican sobre la misma muestra dos o más extracciones sucesivas.

MECANICA OPERATORIA

Una vez finalizada la operación de extracción, el extracto orgánico desecado (solvente orgánico + analito) se concentra por Evaporación para obtener un **EXTRACTO CONCENTRADO** o un **EXTRACTO SECO**

