

La Ciencia de Materiales al Servicio de la Química Analítica

Materials Science at the Service of Analytical Chemistry

> Yamile Pérez-Padilla Alejandro Avila-Ortega Jesús Alberto Barrón-Zambrano Adriana Esparza-Ruiz Cristian Carrera-Figueiras David Muñoz-Rodríguez¹¹,¹²

Resumen

La investigación en ciencia de materiales ha contribuido al desarrollo de instrumentación de laboratorio, procedimientos, y técnicas de preparación de muestras con aplicación en la química analítica. Diferentes dispositivos que contienen películas y partículas son utilizados en laboratorios de rutina o investigación para obtener información sobre los componentes químicos de muestras relevantes para la salud, la nutrición, la agricultura, y la cultura, entre otros campos. En este artículo se muestra la importancia del trabajo interdisciplinario entre la ciencia de materiales y la química analítica para desarrollar materiales útiles en la preparación de muestras. Específicamente, se tratan de forma general las principales etapas y aplicaciones de tres técnicas de tratamiento de muestras en las que se ha aplicado y evaluado el desempeño partículas

¹¹ Cuerpo Académico de Química Fundamental y Aplicada. Facultad de Ingeniería Química. Universidad Autónoma de Yucatán.

¹² Autor para correspondencia: david.mr@correo.uady.mx

y películas desarrolladas por investigadores del Cuerpo Académico de Química Fundamental y Aplicada de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de Yucatán.

Palabras clave: Ciencia de materiales, partículas, películas, química analítica, preparación de muestras

Abstract

Materials science research has contributed to the development of specialized laboratory instrumentation, analytical procedures, and sample preparation techniques with application in analytical chemistry. Analyst use different devices containing films and particles in routine or research laboratories to obtain information about the chemical components of samples relevant to environmental care, health, nutrition, agriculture, transportation, construction, and culture, among other fields. This article shows the need and relevance of interdisciplinary work between materials science and analytical chemistry to develop materials that are useful in sample preparation techniques. The focus is on the main stages and applications of three sample preparation techniques, where researchers from the Cuerpo Académico de Química Fundamental y Aplicada at the Facultad de Ingeniería Química of the Universidad Autónoma de Yucatán (UADY) have applied and evaluated the performance of the particles and films they developed.

Keywords: Material science, particles, films, analytical chemistry, sample preparation

Introducción

La ciencia de materiales es un campo interdisciplinario que explora las propiedades de la materia y sus aplicaciones en diferentes áreas de la ciencia, enfatizando la relación entre la estructura del material y sus propiedades. Abarca elementos de física, química, biología, ingeniería mecánica, eléctrica, entre otras disciplinas. El estudio de la ciencia de los materiales es crucial ya que los materiales forman la base de todos los objetos en nuestra vida cotidiana, impactando casi todos los aspectos de la ciencia y la tecnología en la existencia humana. Algunos ejemplos



incluyen la producción de energía, la eliminación de desechos, la síntesis química y la química analítica (1).

La química analítica, al igual que la ciencia de materiales, se relaciona con otras disciplinas científicas y tecnológicas. La Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (UIPAC, por sus siglas en inglés), define la química analítica como una disciplina científica que desarrolla y aplica métodos, instrumentos y estrategias para obtener información sobre la composición y naturaleza de la materia. Dicha información es relevante porque provee las bases para la toma de decisiones relacionadas con el cuidado del medioambiente, la salud, la nutrición, la agricultura, el transporte, los deportes, la construcción, las políticas públicas y la cultura, entre otros campos. De esta manera, las aportaciones de la química analítica contribuyen en la resolución de problemas de la sociedad (2).

El desarrollo y aplicación de métodos, instrumentos y estrategias analíticas para contribuir a la resolución de problemas no sería posible sin las aportaciones de la ciencia de materiales. Un ejemplo típico son los equipos de análisis instrumental que separan y cuantifican mezclas de compuestos que se encuentran en fase gaseosa o líquida. Estos instrumentos utilizan tubos de acero inoxidable comúnmente de 5 a 30 cm y diámetro interno de 2.1 a 4.6 mm que están empacados con partículas porosas muy pequeñas modificadas químicamente que ayudan en la separación de mezclas de compuestos en fase liquida. Otro tipo de instrumentos pueden usar columnas que tienen un diámetro interno del grosor de un cabello y muy largas (5 a 100 m) cuya pared interna está recubierta de películas poliméricas o partículas diminutas de diferente composición química que permiten separar compuestos en fase gaseosa. Tanto las partículas como las películas que se encuentran al interior de los dispositivos de la figura 1 se desarrollaron gracias a la investigación en ciencia de materiales.

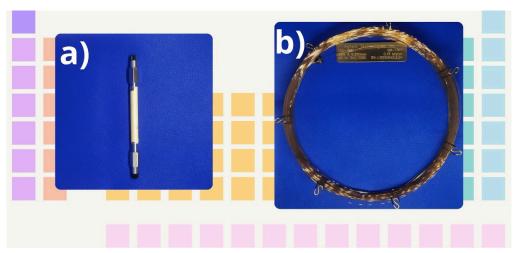


Figura 1. Dispositivos utilizados en equipos de análisis llamados cromatógrafos, que separan mezclas de compuestos en fase líquida (a) y fase gaseosa (b).

Además de los componentes de los equipos de análisis, las partículas o películas también se aplican en la química analítica para la separación y preconcentración de diversas clases de compuestos químicos que pueden estar presentes en una muestra. Esta etapa se conoce como pretratamiento analítico y permite que la muestra quede en condiciones adecuadas para la etapa de medición en los equipos de análisis instrumental. El pretratamiento analítico es un paso crítico para asegurar que se obtengan resultados confiables para la toma de decisiones en los diferentes ámbitos en los que incide la química analítica.

En el pretratamiento analítico, los laboratorios de rutina e investigación generalmente utilizan materiales comerciales en forma de membranas, partículas y películas (Figura 2). Dichos materiales se han desarrollado usando diferentes técnicas de síntesis. Luego, los materiales obtenidos se someten a diversas pruebas para conocer su composición y propiedades químicas, térmicas y mecánicas, entre otras. Estas pruebas ayudan a establecer los alcances y limitaciones del material y delimitar las condiciones experimentales en las cuales se aplicarán. Finalmente, antes de comercializarlos, los materiales deben evaluarse primero, aplicándolos en disoluciones que contienen solo el compuesto de interés y luego, en disoluciones que contienen el compuesto de interés junto con compuestos no deseados.



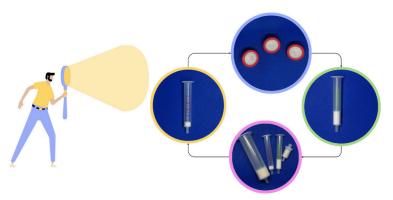


Figura 2. Algunos dispositivos comerciales comúnmente usados para el tratamiento de muestras en química analítica.

El propósito de este artículo es mostrar la relevancia del trabajo interdisciplinario entre la ciencia de materiales y la química analítica para desarrollar nuevos materiales con aplicación en técnicas de pretratamiento analítico. Actualmente, la investigación y desarrollo de nuevos materiales para aplicaciones en química analítica sigue en boga como lo demuestra la literatura científica (3–5). En este sentido, en el Cuerpo Académico de Química Fundamental y Aplicada (CAQFA) de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de Yucatán (FIQ-UADY), profesores con experiencia en Ciencia de Materiales y Química analítica han realizado investigación de actualidad sobre el desarrollo, caracterización y evaluación de nuevos materiales para su aplicación en el pretratamiento analítico de muestras de interés medioambiental, industrial y biomédico. La investigación ha implicado la aplicación de técnicas de síntesis/preparación para desarrollar nuevos materiales caracterizados por técnicas fisicoquímicas, térmicas y morfológicas. También se han realizado experimentos para evaluar los alcances y limitaciones de los materiales usando diferentes muestras y componentes químicos de interés. En química analítica estos últimos se conocen como analitos.

La ciencia de materiales y el pretratamiento analítico

La química analítica ha avanzado hacia técnicas de pretratamiento analítico con el menor número de pasos posible y de preferencia en microescala. Esto permite minimizar los errores, reducir el tiempo de análisis y consumir una menor cantidad de reactivos y muestra. Además, repercute en un menor impacto ambiental y riesgo laboral para el analista. Para lograr lo anterior se han desarrollado las técnicas de extracción en fase sólida. Estas permiten preconcentrar y separar los compuestos de interés de la muestra reteniéndolos sobre una fase sólida (material) antes de la etapa de medición instrumental. Luego, dependiendo de la técnica de extracción en fase sólida empleada, los compuestos de interés se liberan del material aplicando temperatura o con un solvente adecuado para su análisis instrumental.

Las fases sólidas típicamente utilizadas son partículas y películas poliméricas. Entre las técnicas de extracción en fase sólida que utilizan partículas está la extracción con cartuchos desechables empacados con una fase sólida (SPE, por sus siglas en inglés); la dispersión de matriz en fase sólida (MSPD) y la extracción por dispersión de fase sólida (dSPE). Entre las técnicas que utilizan películas poliméricas, destacan la micro extracción en fase sólida (SPME, por sus siglas en inglés) y la extracción por sorción en barra de agitación magnética (SBSE). Dichas técnicas utilizan materiales comerciales como fases sólidas y han ganado popularidad para la extracción y preconcentración de diferentes componentes químicos de muestras de interés medioambiental, biomédico, alimentario e industrial.

Sin embargo, las fases sólidas comerciales pueden presentar inconvenientes como inestabilidad química, térmica o mecánica, y falta de selectividad, principalmente hacia compuestos químicos polares. Estas desventajas, así como la infinita variedad de combinaciones de tipo de muestras-compuestos de interés y sus propiedades fisicoquímicas han estimulado la investigación sobre nuevos materiales para el pretratamiento analítico. En este sentido, la ciencia de materiales contribuye al desarrollo y evaluación de nuevos materiales con el fin de superar las limitaciones de los materiales comerciales.

El rendimiento de los materiales desarrollados por el CAQFA en los laboratorios de FIQ-UADY se ha evaluado aplicando la extracción en fase sólida (SPE), la dispersión de matriz en fase sólida (MSPD) y la extracción en barras de agitación (SBSE). En las siguientes líneas se describen generalidades y aplicaciones de dichas técnicas.



Extracción en fase sólida

Las primeras aplicaciones de esta técnica surgieron en 1950 (6). La extracción en fase sólida es un procedimiento donde una muestra líquida se pasa a través de un dispositivo parecido a una jeringa que está llena de partículas diminutas como granos de arena (la fase sólida). La composición química de estas partículas permite atrapar a los compuestos de interés y luego liberarlos al pasar por el dispositivo una cantidad relativamente pequeña de un solvente apropiado. La Figura 3 muestra un dispositivo comercial de extracción en fase sólida que tiene forma de cartucho junto con dos ejemplos de las partículas con las que puede rellenarse.

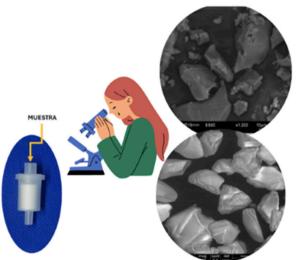


Figura 3. Cartucho comercial para extracción en fase sólida (izquierda) y micrografías SEM de partículas de dióxido de titanio con metilmetacrilato (parte superior derecha) obtenidas en el laboratorio de materiales de la Facultad de Ingeniería Química de la UADY para su aplicación en SPE C18 (octadecilsilica) con aplicación en SPE y MSPD (parte inferior derecha).

La técnica SPE tiene aplicaciones en el análisis de contaminantes ambientales. Un ejemplo típico es el aislamiento y preconcentración de compuestos orgánicos que han sido asociados a enfermedades como el cáncer. Estos compuestos son científicamente llamados hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAPs) (7); en las aguas naturales los HAPs están

a niveles relativamente bajos (8) por lo cual, para poder hacer el análisis, se puede pasar un litro de agua a través del cartucho de SPE. Al hacerlo, las partículas que rellenan el cartucho atrapan a los HAPs. Finalmente, se pasa un volumen relativamente bajo de solvente adecuado, digamos diez o cinco mililitros para liberar los compuestos en el solvente y que su nivel de concentración se incremente cien o doscientas veces para después introducir el solvente a un equipo especializado para su análisis. Otras aplicaciones incluyen el análisis de medicamentos, alimentos, bebidas y productos naturales (6).

Extracción por dispersión de matriz en una fase sólida

La dispersión de matriz en fase sólida (MSPD) se reportó por primera vez en 1989 para el análisis de medicamentos veterinarios en carne e hígado de bovinos (9). La palabra "matriz" hace referencia a cualquier muestra donde se encuentre el compuesto de interés. En este caso, los tejidos de bovino son la "matriz" donde se encuentran los medicamentos veterinarios.

MSPD es una técnica de extracción que es útil para preparar muestras sólidas, semisólidas y/o viscosas antes del análisis químico (10). Comúnmente, la técnica consiste en agregar a un mortero 2 g del material en forma de pequeñas partículas (Figura 4). Luego, se añaden 0.5 g de muestra al mortero y con ayuda de un pistilo se hace una pasta o masa conformada por la muestra y el material. Este paso es similar al proceso de mezclar varios ingredientes en un molcajete cuando se prepara una salsa. Después la pasta se empaca en un barril de jeringa y los compuestos de interés se liberan pasando de 5 a 20 mililitros de un solvente orgánico adecuado (11). La cantidad de material, muestra y volumen de solvente a utilizar dependen de la aplicación específica.

MSPD tiene la ventaja de que la evita disolución de las muestras sólidas o semisólidas necesaria para la extracción de los compuestos de interés por SPE. Además, es sencilla de aplicar, requiere de un tamaño de muestra relativamente pequeño, consumo relativamente bajo de solvente y un menor gasto en la compra y la disposición de reactivos. Por lo tanto, MSPD es una alternativa para el desarrollo de nuevos protocolos analíticos ya que proporciona resultados equivalentes o superiores a los métodos oficiales antiguos (12)). Aunque ha pasado bastante



tiempo desde su primera aplicación, MSPD sigue estando vigente y se ha aplicado para el análisis de drogas, herbicidas, plaguicidas y otros agentes contaminantes en miel, abejas, suelo, huevo, frutas y vegetales, entre otros tipos de muestras (11). Los resultados de estos análisis son relevantes para proteger la salud del consumidor, y desde el punto de vista forense, veterinario, agrícola y medioambiental.



Figura 4. Etapas generales de la dispersión de matriz en fase sólida (MSPD, por sus siglas en inglés).

Extracción en fase sólida con una barra de agitación

Esta técnica se introdujo en 1999 (13) con enfoque en el pretratamiento de muestras líquidas. En este caso, la muestra liquida se agita con un pequeño agitador magnético (1.0 - 2.0 cm) que está recubierto por un polímero llamado polidimetilsiloxano (PDMS). Este compuesto es el mismo que se encuentra en los pegamentos comerciales en forma de barras o como líquido para hacer manualidades. Durante la agitación, los compuestos de interés (analitos) son atrapados por el PDMS. Después, la barra de agitación se retira de la muestra líquida y se introduce a un dispositivo que libera los compuestos aplicando temperatura. Una alternativa es sumergir la barra de agitación en 0.5 - 0.25 mililitros de solvente orgánico adecuado para liberar los analitos en el solvente. Una vez liberados los analitos por temperatura o con un solvente, estos son analizados en equipos especializados. La Figura 5 presenta una barra de agitación para SBSE.

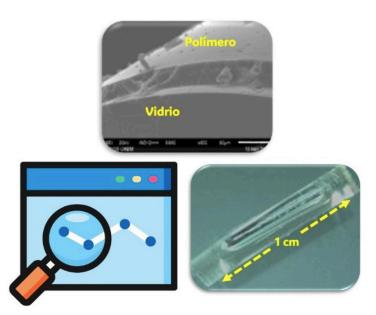


Figura 5. Barra de agitación magnética recubierta con PDMS que se desarrolló en los laboratorios de FIQ-UADY. Adaptada de (14).

La técnica SBSE es muy versátil y se ha utilizado con éxito en muestras de interés ambiental, alimentario y biomédico. Por ejemplo, SBSE se ha utilizado para el análisis de trazas de estrógenos en diferentes cuerpos de agua (15) y para extraer glicerol del biodiesel (16). También se ha aplicado para el análisis de parabenos en leche materna (17) por citar algunas aplicaciones. En las aplicaciones predomina el uso del PDMS como recubrimiento. Sin embargo, aún hay desafíos para la extracción de analitos polares y no polares, lo que impulsa la investigación de nuevos adsorbentes y metodologías.

Conclusiones

Las técnicas como SPE, MSPD y SBSE y sus aplicaciones dejan claro que la ciencia de materiales es un campo interdisciplinario que ha favorecido el desarrollo de la química analítica. Los nuevos materiales con mejores propiedades han impulsado la innovación en la química analítica propiciando que se desarrollen y apliquen metodologías, instrumentos y estrategias que utilizan partículas y películas poliméricas para el análisis de fármacos, plaguicidas, metabolitos de plantas y otros compuestos químicos en agua de mar, agua residual, suelo, productos naturales, sangre, por mencionar algunos tipos de muestras. Así,

YAMILE PÉREZ-PADILLA, ALEJANDRO ÁVILA-ORTEGA, JESÚS ALBERTO BARRÓN-ZAMBRANO, ADRIANA ESPARZA-RUIZ, CRISTIAN CARRERA FIGUEIRAS Y DAVIDMUÑOZ RODRÍGUEZ



la investigación interdisciplinaria entre la ciencia de materiales y la química analítica contribuye a generar información confiable que ayuda a la toma de decisiones relacionadas con diferentes áreas de la vida cotidiana como el medio ambiente, la salud, la nutrición, la agricultura, el transporte, los deportes, la cultura, entre otros campos. Para concluir, existen innumerables técnicas de preparación de muestras que emplean materiales con diversas propiedades. La combinación de estas técnicas, tipo de materiales, muestras y componentes químicos de interés es prácticamente infinita, lo que nos permite anticipar que la ciencia de materiales seguirá contribuyendo significativamente al progreso de la química analítica.

Referencias

- 1. Wang G, Yu C, MacFarlane D, Zhao H. Materials Science in Australia. Vol. 32, Adv Mater. 2020;32(18):2001629.
- 2. Valcárcel M. Quo vadis, analytical chemistry? Anal Bioanal Chem. 2016;408(1):13–21.
- 3. Ling Z, Yang J, Zhang Y, Zeng D, Wang Y, Tian Y, et al. Applications of advanced materials in the pretreatment and rapid detection of small molecules in foods: A review. Trends Food Sci Technol. 2023;141:104175.
- 4. Zhang DX, Wang MY, Lin WB, Qu S, Ji L, Xu C, et al. Recent advances in emerging application of functional materials in sample pretreatment methods for liquid chromatographymass spectrometry analysis of plant growth regulators: A mini-review. J Chromatogr A. 2023;1704:464130.
- 5. Cui Y, Ding L, Ding J. Recent advances of magnetic molecularly imprinted materials: From materials design to complex sample pretreatment. TrAC Trends Anal Chem. 2022;147:116514.
- Badawy MEI, El-Nouby MAM, Kimani PK, Lim LW, Rabea EI. A review of the modern principles and applications of solidphase extraction techniques in chromatographic analysis. Anal Sci. 2022;38(12):1457–87.
- Mastandrea C, Chichizola C, Ludueña B, Sánchez H, Álvarez H, Gutiérrez A. Hidrocarburos aromáticos policíclicos. Riesgos para la salud y marcadores biológicos. Acta Bioquím Clín Latinoam. 2005;39(1):27–36.
- 8. Amaringo F, Narváez JF, Gómez-Arguello MA, Molina F. Contaminación en agua y sedimentos por hidrocarburos aromáticos policíclicos: Revisión de la dinámica y los métodos analíticos. Gestión y Ambiente. 2019;22(1):129–40.
- 9. Barker A, Long R, Short R, Rouge B. Isolation of drug residues from tissues by solid phase dispersion. J Chromatogr. 1989;475(2):353–361.
- 10. Barker SA. Matrix solid-phase dispersion. J. Chromatogr A. 2000; 885(1-2):115-127.



- 11.Hoff RB, Pizzolato TM. Combining extraction and purification steps in sample preparation for environmental matrices: A review of matrix solid phase dispersion (MSPD) and pressurized liquid extraction (PLE) applications. TrAC Trends Anal Chem. 2018;109:83–96.
- 12. Barker SA. Matrix solid phase dispersion (MSPD). Vol. 70, J Biochem Biophys Methods. 2007;70(2):151–162.
- 13. Baltussen E, Sandra P, David F, Cramers C. Stir bar sorptive extraction (SBSE), a novel extraction technique for aqueous samples: Theory and principles. J Microcolumn Sep. 1999;11(10):737–47.
- 14. Burgos-Tan MJ, Pérez-Padilla Y, Avila-Ortega A, Barrón-Zambrano JA, Vilchis-Néstor AR, Carrera-Figueiras C, et al. Preparation, characterization and evaluation of a hybrid polymeric coating with sorbent properties. Chem Pap. 2017;71(7):1205–15.
- 15. Zhu N, Wu Z, He M, Chen B, Hu B. 3D printed stir bar sorptive extraction coupled with high performance liquid chromatography for trace estrogens analysis in environmental water samples. Anal Chim Acta. 2023;1281:341904.
- 16. Martins PHS, Barros MA, Silva CL, Ricci P, Castilho LMB, Santos ALR, et al. A cellulose monolithic stir bar for sorptive extraction of glycerol from biodiesel. RSC Adv. 2024;14(25):17380–17388.
- 17. Ge X, Feng S, Bian L, Wang M, Li K, Wang X. Determination of parabens in breast milk using stir bar sorptive extraction coupled with UHPLC-UV. Talanta. 2024;270:125609.