

Una Nueva Tecnología, Extracción Dispersiva Energizada, para la Extracción de Compuestos Orgánicos Semi-Volátiles de Suelos

Aplicación Ambiental

Extracción de Compuestos Orgánicos Semi-Volátiles de Suelos

Métodos EPA

- Soxhlet – US EPA 3540C
- EDGE – US EPA 3545A
- Análisis GCMS – US EPA 8270

EDGE

- Solvente – Hexano : Acetona (50:50)
- Volumen de Solvente – 30 mL (25 mL extracción, 5 mL enjuague)
- Temperatura – Rampa hasta 100 °C
- Tiempo Total– 5 minutos

Soxhlet

- Solvente – Hexano : Acetona (50:50)
- Volumen de Solvente – 100 mL
- Tiempo Total – 16 - 20 horas

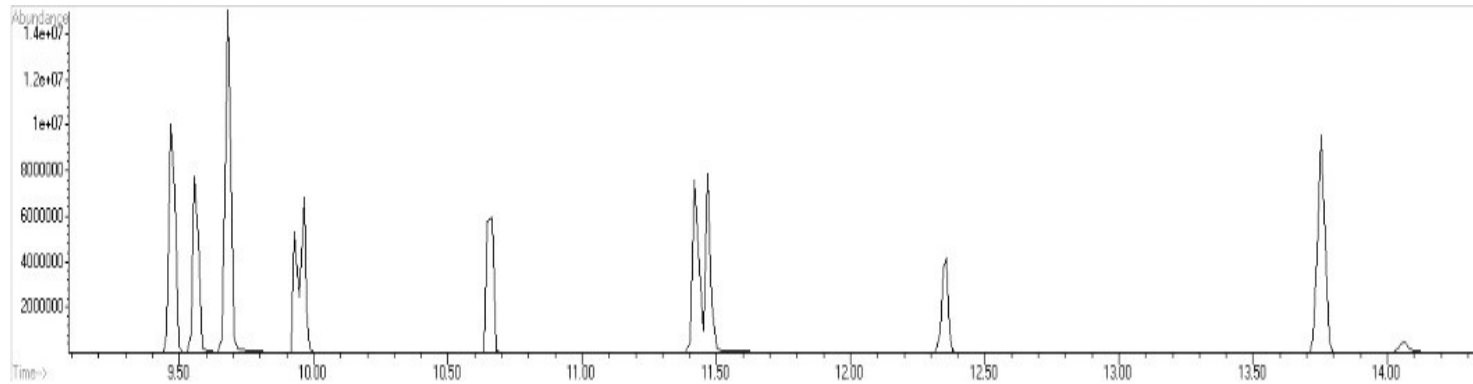
Método GCMS

- GC
- Phenomenex ZB-5MSplus 30 m, 0.25 mm columna
- Entrada a 250 °C y 1 µL inyección splitless
- 0.8 mL/min velocidad de flujo usando Helio como gas transportador
- Perfil de Temperatura

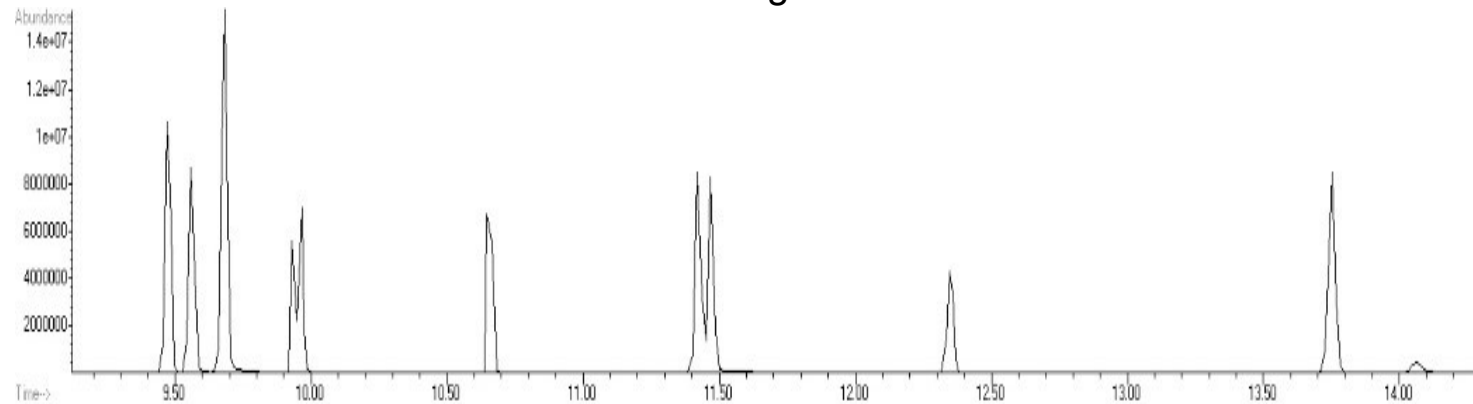
Velocidad (°C/min)	Temperatura (°C)	Tiempo de espera (min)	Ejecución (min)
	40	0	0
30	260	4	13
6	295	6	26

- La cuantificación fue basada en una curva de calibración multinivel de 6 puntos en el intervalo de concentración de 12 ppm a 100 ppm
- El modo Monitoreo por Ión fue utilizado para identificar cada compuesto específico y su área total para cuantificar cada pico

Cromatograma de Compuestos de BNA



Marga



Arcilla

Muestras de Suelo Extraído



Datos de %Recuperación de Muestras de Suelo Dopadas con 15 g

Compuesto	Arena	Marga	Arcilla
Pyridine	100	88	93
1,4-dichlorobenzene	88	88	96
2-methylphenol	84	95	115
3-methylphenol	90	102	104
hexachlorobutadiene	86	92	97
2,4,6-trichlorophenol	90	105	103
2,4,5-trichlorophenol	89	113	99
2,4-dinitrotoluene	90	102	99
hexachlorobenzene	86	86	81

Datos de %Recuperación de Muestras de Suelo Dopadas con 30 g

Compuesto	Arena	Marga	Arcilla
Pyridine	78	70	79
1,4-dichlorobenzene	86	95	90
2-methylphenol	83	98	100
3-methylphenol	90	96	91
hexachlorobutadiene	90	91	89
2,4,6-trichlorophenol	93	97	89
2,4,5-trichlorophenol	90	105	82
2,4-dinitrotoluene	80	99	86
hexachlorobenzene	98	85	83

Datos de Recuperación de 15 g CRM 110-100

Compuesto	% Soxhlet
2-nitroaniline	94
2,4-dinitrotoluene	114
dibenzofuran	92
fluorene	105
Bis-2-ethylhexyl-phthalate	97

CRM 110-100 comprado de Sigma Aldrich

Tips Ambientales



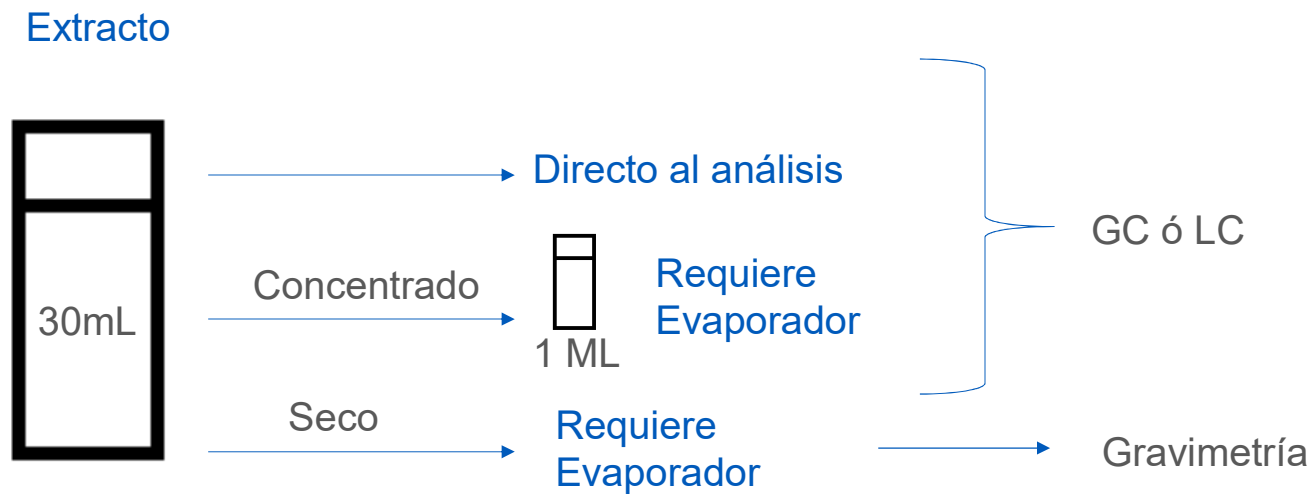
Línea de Máximo Llenado

Agregue la capa inferior de sal para muestras húmedas

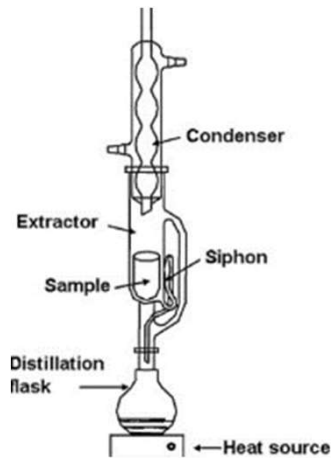
Selección Q-Disc



Tips Después de la Extracción



Opciones: Tradicional



Soxhlet

- 150 mL
- 6 horas
- Banco de 8



Soxhlet Automático

- 90 mL
- 2 horas
- Banco de 6

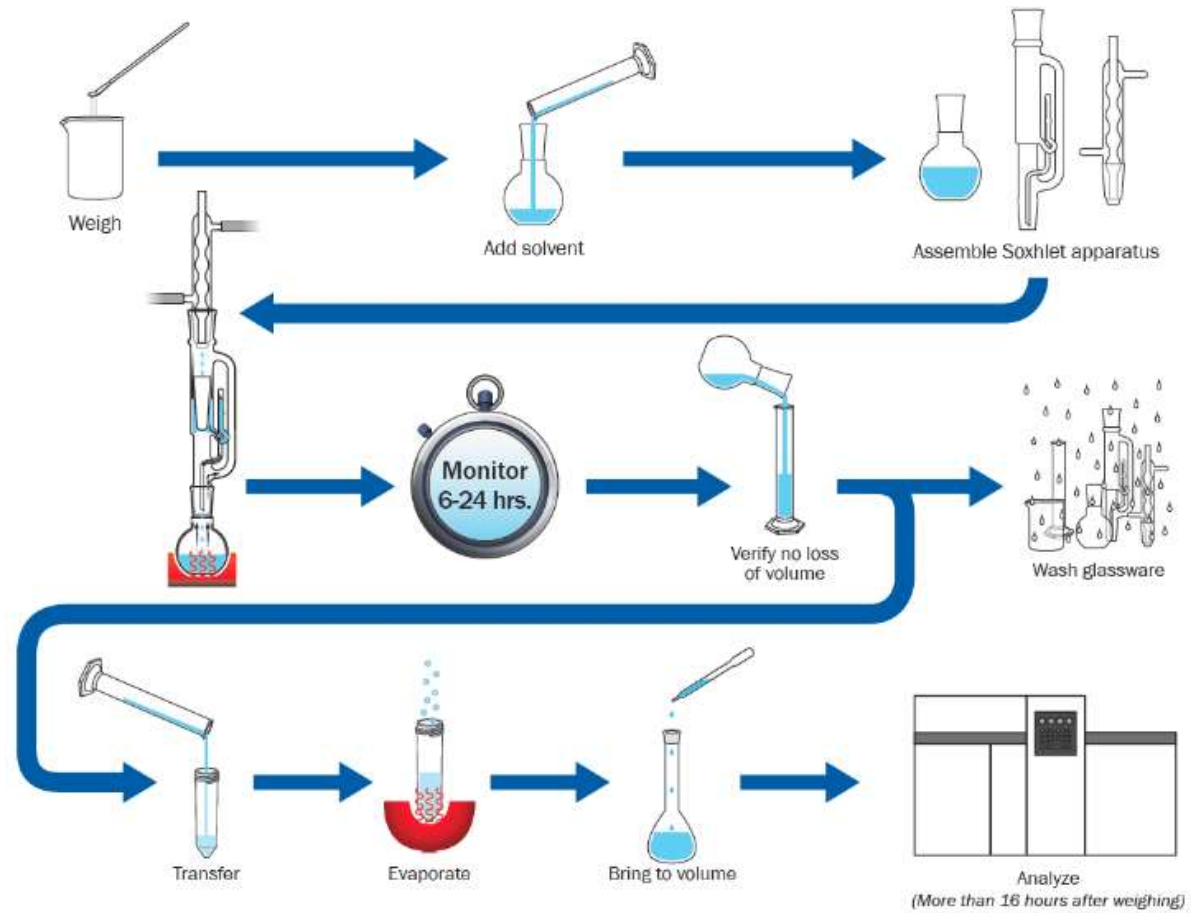


Ultrasonido

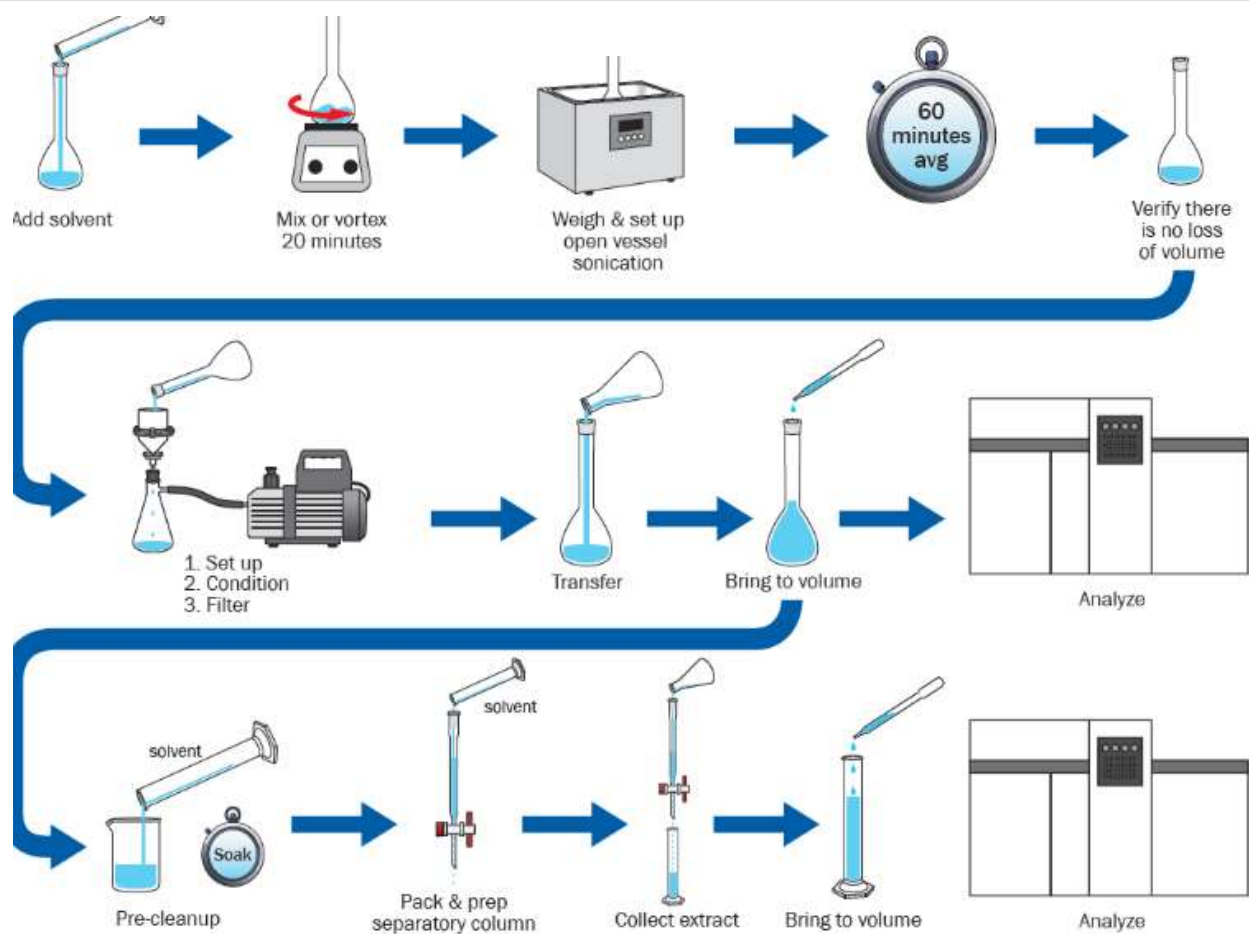
- 300 mL
- 1 hora

¡Requiere mucho tiempo y mucho uso de solvente!

Soxhlet



Sonicación / Extracción Básica



Opciones: Extracción por Fluidos Presurizados



Dionex ASE
(Extracción de Solvente Acelerado)

- 40 mL
- 30 minutos
- 2 muestras por hora



FMS
(Sistemas de Gestión de Fluidos)

- 80 mL
- 22 minutos
- 2 muestras por hora

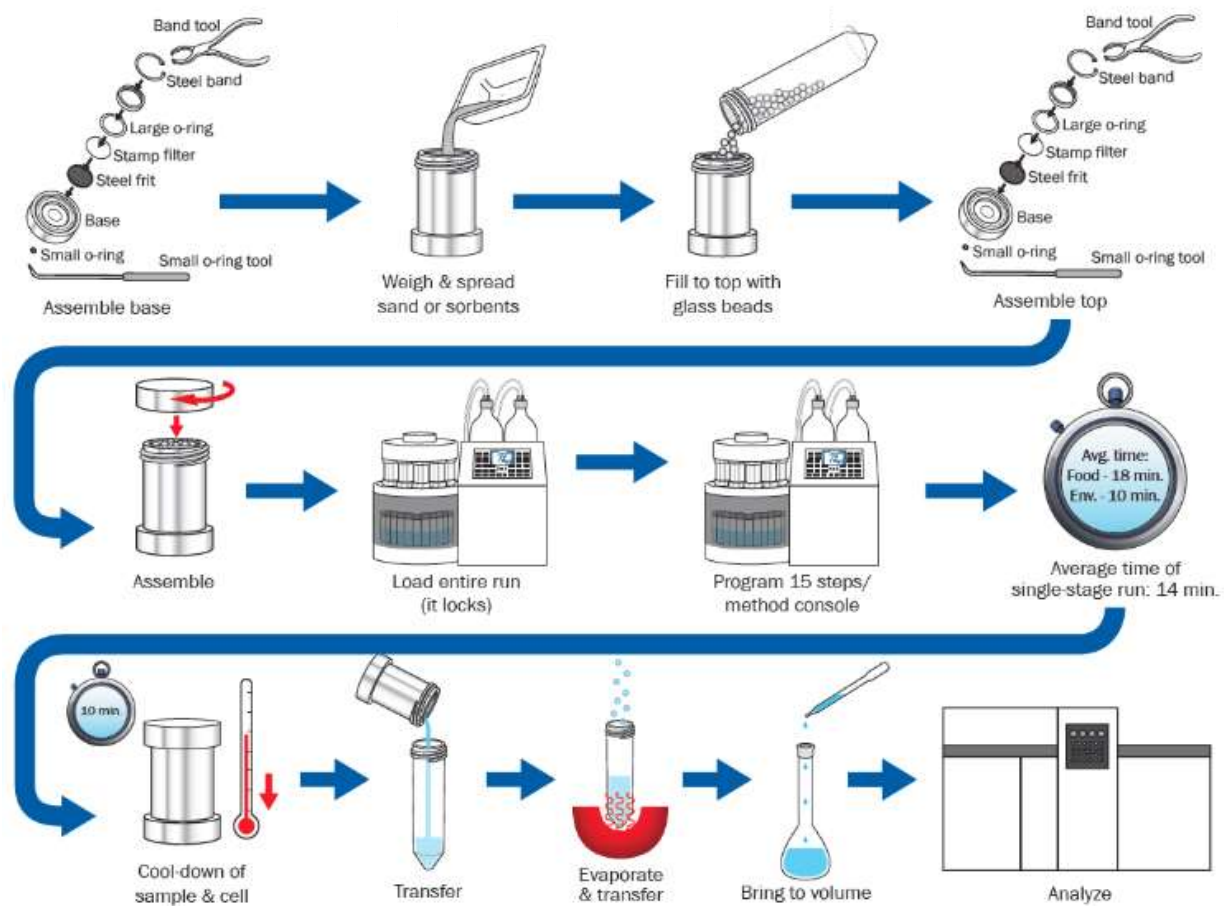
¡Grande y costoso!



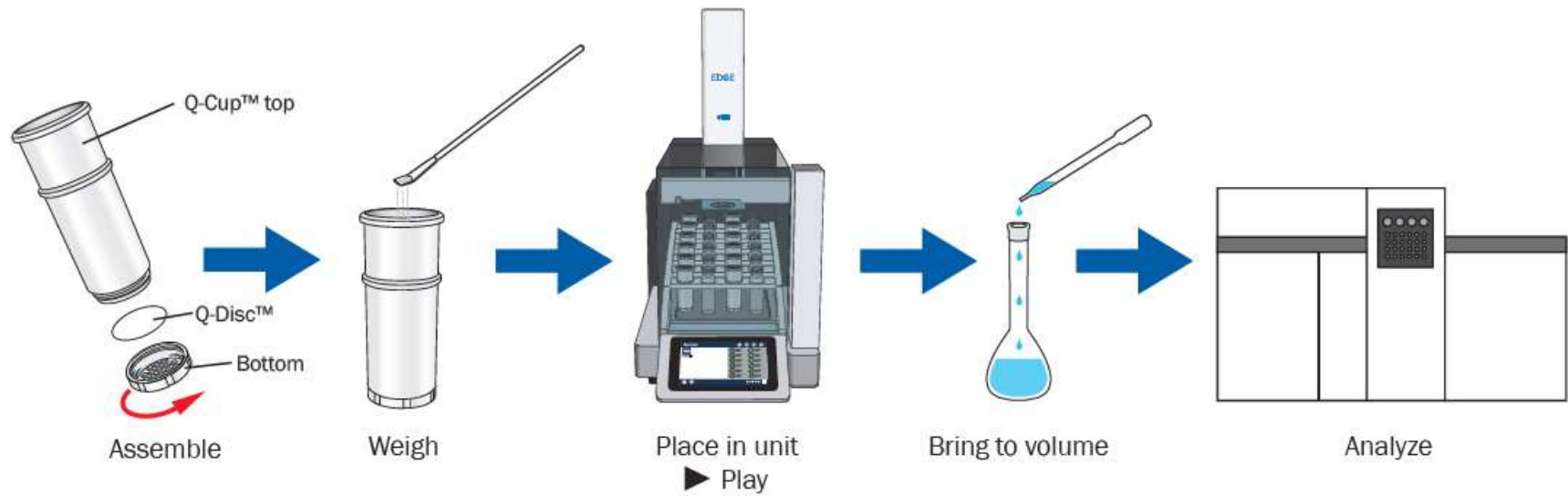
Extractor Acelerado Buchi

- 60 mL
- 30 minutos
- 12 muestras por hora

Extracción por Fluidos Presurizados



Extracción EDGE

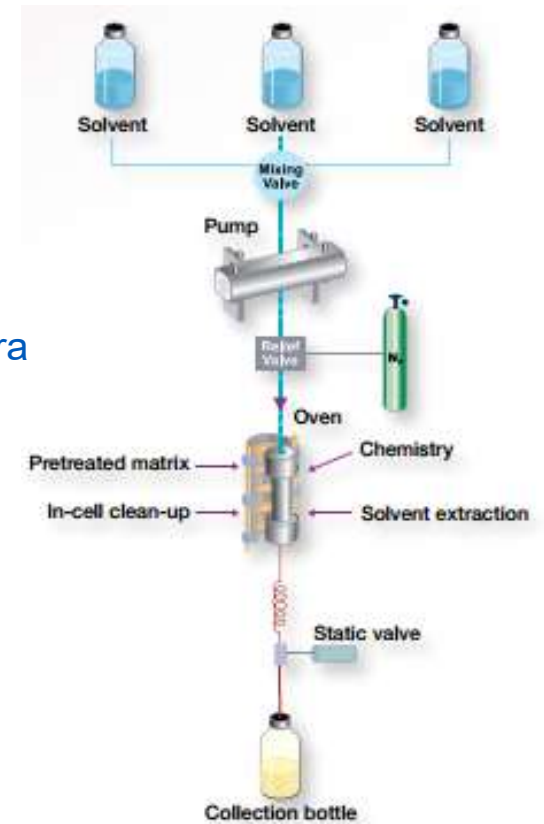


ASE 350

- Thermo Fisher Scientific Dionex ASE 350 ó 150
- Patentado (Igual que el EDGE)
- Muestras Sólidas ó semi-sólidas (Igual que el EDGE)
- Disolventes comunes y temperaturas y presiones elevadas (Igual que el EDGE)
- Automaticamente extrae 24 muestras (2 EDGE por el precio de 1 ASE)
- 1, 5, 10, 22, 34, 66, and 100 mL Tamaños de celda (1 Q-Cup puede ser usada para todos los tamaños de muestra)

Características adicionales al EDGE

- 6 líneas de solvente
- No hay necesidad de HPLC como bomba
- No requiere N₂
- Termopar Interna



La Diferencia es la Tecnología Q-Cup

The image shows a laboratory setting with a microscope and other equipment in the background. In the foreground, a grey cylindrical Q-Cup sample holder is shown in an exploded view, with its three components (the main cup, a flat disc, and a cap) separated. The text 'Q-Cup technology' is written in bold black font at the top left of the image area. A blue rectangular box on the right contains white text describing the product as a simple solution to a complicated problem, noting it consists of three simple pieces. Below this box, two bullet points in Spanish describe its advantages: it does not require a packed column and does not need HPLC pressure.

Q-Cup technology

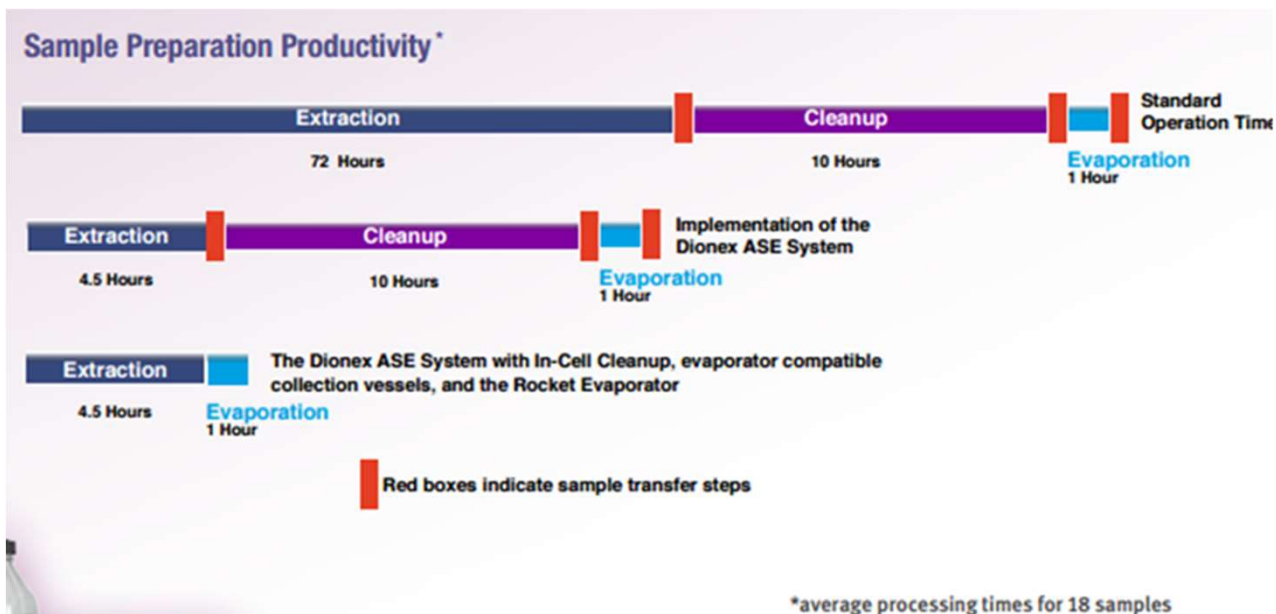
A simple solution to a complicated problem.
The Q-Cup™ sample holder is easy to assemble, consisting of just three simple pieces.

- No requiere columna empaquetada
- No necesita ejecutar HPLC para presión

Comparación Científica con Thermo Fisher

Time Savings	
Technique	Average Extraction Times*
Soxhlet	4–48 h
Automated Soxhlet	1–4 h
Sonication	0.5–1 h
SFE	0.5–2 h
Microwave	0.5–1 h
Dionex ASE 150/350	0.2–0.3 h

Solvent Savings	
Technique	Solvent Usage*
Soxhlet	150–500 mL
Automated Soxhlet	50–100 mL
Sonication	150–200 mL
SFE	5–50 mL
Microwave	25–50 mL
Dionex ASE 150/350	5–200 mL



6 Veces más Rápido

12 Muestras/hr

Incluye extracción, enjuague, filtración, enfriamiento & lavado

Técnica	Tiempo (minutos)	Uso de Solvente (mL)	Costo ¹
EDGE	5	30	\$
QuEChERS	30	30	\$
Extracción por Fluido Presurizado	30	35	\$\$\$
Soxhlet	360	150	\$\$
Soxhlet Automático	120	90	\$\$\$
Ultrasonido	60	300	\$\$

¹Incluye costo de instrumento y ejecución

ASE 350

Solo el tiempo de extracción reportado en las notas de la aplicación

Pasos no incluidos:

- Preparación de Muestra
- Lavados entre muestras
- Calentamiento ó Enfriamiento
- Configuración del Sistema
- Pre-calentamiento
- Liberación de presión
- Sin acceso a las muestras hasta que complete toda la ejecución

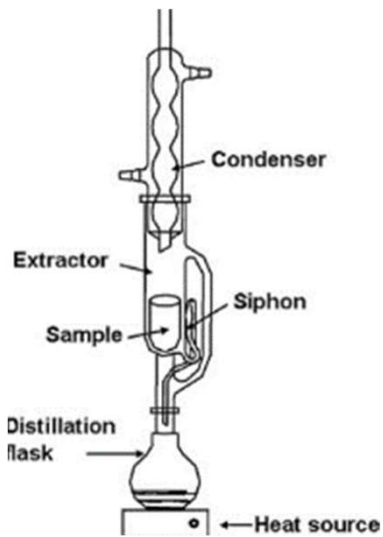
ASE 350: Celda de muestra

- Cada celda contiene
 - 1 eje de acero
 - 2 piezas terminales de acero
 - 2 Anillos de caucho* pequeños (también requiere una herramienta única)
 - 2 fritas de acero (10 micras)
 - 2 Anillos de caucho* grandes
 - 2 abrazaderas circulares de acero abiertas (también requiere alicates únicos)
 - Suficientes perlas de vidrio para llenar el volumen vacío de la celda
- *Necesita reemplazo por cada 50 muestras ejecutadas*





Comparación de Costo por prueba



Soxhlet
• \$6.40/prueba



Sonicación
• \$.72/prueba



ASE 350
• \$10.60/prueba



EDGE
• \$0.75/prueba

ASE 350: Problemas

Más allá de los inconvenientes obvios en comparación con el EDGE

- Errores de presión debido a una construcción incorrecta de la celda
- Problemas de obstrucción
- Problemas por fugas de solvente
- Sistema anticuado, tedioso de programar



ASE 350: 52 Notas de Aplicación

- **Ambiental (15 Notas de Aplicación)**
 - Pescado, Aguas Residuales, Lodos, Suelos, Filtros de Aire, etc.
- **Alimentos (13 Notas de Aplicación)**
 - Grasas
 - Pesticidas/Herbicidas en Alimentos
 - Ingredientes Naturales Activos
 - Detección de Acrilamida y Zearalenona
- **Químicos y Plásticos Afines (12 Notas de Aplicación)**
 - Plásticos/ Textiles
 - Energías Alternativas
 - Productos del Consumidor
- **Plantas/Herbicidas en Tejido Animal (8 Notas de Aplicación)**
- **Farmacéuticos / Nutraceuticos (3 Notas de Aplicación)**

EDGE | Un Nuevo Mundo de Preparación de Muestras

