

**Título:** DESARROLLO DE NUEVAS METODOLOGÍAS DE PREPARACIÓN DE MUESTRA PARA LA DETERMINACIÓN DE HIDROCARBUROS AROMÁTICOS POLICÍCLICOS EN MATRICES MEDIOAMBIENTALES Y ALIMENTARIAS

**Nombre:** Pena Sendón, María Teresa

**Universidad:** Universidad de Santiago de Compostela

**Departamento:** Química analítica, nutrición y bromatología

**Fecha de lectura:** 02/07/2010

**Programa de doctorado:** Química

**Dirección:**

> **Director:** María del Carmen Mejuto Martí

> **Codirector:** María del Carmen Casais Laiño

**Tribunal:**

> **presidente:** RAFAEL CELA TORRIJOS

> **secretario:** María Herminia Bollaín Rodríguez

> **vocal:** MARÍA ISABEL TURNES CAROU

> **vocal:** MARÍA TERESA GALCERAN HUGUET

> **vocal:** ANTONIO CANALS HERNÁNDEZ

**Descriptor:**

> ANALISIS CROMATOGRAFICO

**El fichero de tesis** ya ha sido incorporado al sistema

**Localización:** BIBLIOTECA XERAL DE LA UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE COMPOSTELA

**Resumen:** Los hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs) constituyen un grupo de contaminantes medioambientales, que despiertan un gran interés en el mundo científico debido a su elevada toxicidad y su alto potencial carcinogénico y mutagénico. Históricamente fueron los primeros agentes químicos en ser reconocidos como causantes de tumores malignos en humanos. En lo que respecta a su incidencia sobre el medio ambiente, se trata de sustancias orgánicas persistentes y de difícil degradación, por lo que su permanencia en el medio ambiente puede durar años.

Algunos compuestos de este grupo han sido catalogados por la Organización Mundial de la Salud (OMS) y la Agencia de Protección del Medio Ambiente (EPA), como contaminantes orgánicos prioritarios. Por otro lado, han sido incluidos en la legislación de control medioambiental, estableciéndose límites máximos para ciertos PAHs en aguas de bebida, aguas superficiales, suelos, lodos

de depuradora de aguas residuales, alimentos, pescados, etc.

Esta Tesis Doctoral se ha centrado principalmente en la optimización de nuevas metodologías sensibles y selectivas que permitan la determinación de PAHs, a los bajos niveles establecidos en la legislación, en matrices medioambientales (aguas, suelos y lodo de depuradora de aguas residuales) y alimentarias (pescados) altamente complejas.

Las técnicas de extracción se eligieron en base a la naturaleza y complejidad de las muestras, intentando en la medida de lo posible, el desarrollo de métodos analíticos rápidos, simples, poco costosos, y que requieran un bajo consumo de disolvente. Así, se eligió una técnica de microextracción (extracción líquido-líquido dispersiva, DLLME) para llevar a cabo la extracción y concentración de los PAHs de muestras de agua, mientras que se optó por técnicas de extracción modernas (extracción asistida por microondas (MAE), dispersión de la matriz en fase sólida (MSPD) y extracción con disolventes presurizados (PLE)) para la extracción de los analitos de muestras sólidas.

La cromatografía líquida de alta resolución con detección de fluorescencia (HPLC-Flu) fue la técnica empleada para la determinación de los PAHs en la mayoría de los casos, haciendo uso de cromatografía de gases con espectrometría de masas en tándem (GC-MS/MS), para la confirmación y validación de los resultados.

Las características analíticas de las distintas metodologías desarrolladas, recuperación, precisión y límites de cuantificación, mejoran o están al mismo nivel que otros métodos disponibles, y permiten la determinación de los analitos muy por debajo de los límites legislados, en todas las matrices estudiadas. Por otro lado, la validez y aplicabilidad de las metodologías optimizadas, han sido evaluadas mediante el análisis de materiales de referencia certificados y muestras reales.

Las nuevas metodologías desarrolladas presentan claras ventajas frente a las técnicas de extracción tradicionales (Soxhlet, extracción líquido-líquido (LLE), extracción en fase sólida (SPE), etc.), como por ejemplo la reducción del tiempo de análisis y el consumo de disolventes orgánicos. Por otro lado, mediante los métodos propuestos se obtienen resultados altamente reproducibles utilizando pequeñas cantidades de muestra, lo que constituye un aspecto importante cuando se llevan a cabo análisis de rutina en controles medioambientales. Otra ventaja adicional es que en la mayoría de los métodos optimizados, la extracción y la limpieza se realizan de manera simultánea en una única etapa, lo que supone la reducción del tiempo empleado en la preparación de la muestra.

En definitiva, los métodos desarrollados suponen una mejora substancial, respecto a los procedimientos clásicos, tanto en rapidez, simplicidad de análisis, como en aspectos medioambientales relacionados con la generación de residuos orgánicos. Así, las metodologías propuestas pueden ser herramientas de gran utilidad para llevar a cabo controles de contaminación ambiental.

