

# MICROEXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO DISPERSIVA (DLLME)

UFPR, 2018

---

# Poluição ambiental

Baixa concentração e complexidade das matrizes  
Pré-concentração e análise cromatográfica



# DLLME

**Analitos ionizáveis com caráter lipofílico moderado a alto**

**Partição  
(sistema  
ternário de  
componentes)**

**Rápida adição  
solvente  
extrator:dispersor**

**dispersão  
gotículas  
do  
solvente**

**elevada  
área de  
contato  
Rápido  
equilíbrio**

# DLLME vs HLLME

## HLLME

Imiscível  
+  
Miscível

Solvente  
miscível  
(LLE)

Fase única



Elevada área de contato  
Rápido equilíbrio  
Rápida extração

Solvente auxiliar  
Variações de pH ou T  
Salting-out ( $\text{MgSO}_4$ )

## DLLME

Miscível  
+  
Imiscível

Dispersão de microgotas



Vórtex  
Rápida adição

Centrifugação

# DLLME

Adição da mistura  
extrator:dispersor



Agitação



Grande área  
de contato

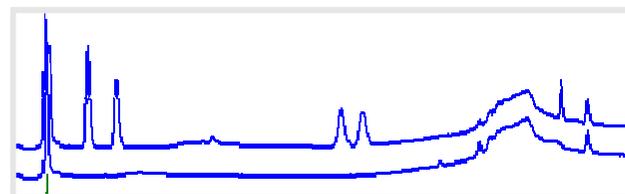
Centrifugação



Coleta



Secagem e  
reconstituição  
Ou  
Análise direta do  
extrato



Análise cromatográfica  
(GC ou LC)



# DLLME

---

- **Baixo custo**
- **Rapidez na extração**
  - elevada área no contato inicial
  - rápido estabelecimento do equilíbrio
- **Facilidade de operação**
- **Elevada recuperação e enriquecimento**
- **Compatível com análise cromatográfica**

**Difícil automação (centrifugação)**  
**Necessita de solventes tóxicos (halogenados)**



# DLLME

## Solvente extrator

- ✓ imiscível e mais denso que a água
- ✓ capacidade de extração
- ✓ comportamento cromatográfico
- ✓ Ex: clorofórmio, diclorometano, clorobenzeno, tetracloreto de carbono e tetracloroetileno
- ✓ Volume (5-100  $\mu\text{L}$ ) - Fator de enriquecimento

## Solvente dispersor

- ✓ miscível na fase orgânica e aquosa
- ✓ Ex: metanol, etanol, acetonitrila, acetona e tetra-hidrofurano
- ✓ Volume (0,5-1,5 mL)
  - ✓ Volumes grandes  $\uparrow$  solubilidade do extrator
  - $\downarrow$  volume de fase sedimentada

# DLLME

**tempo de extração  
(injeção-centrifugação)**

**Muito curto (área de contato)**



**Vantagem**

**força iônica**

**Deve ser alta (facilita a separação das fases)**

**Contudo pode**



**volume de fase sedimentada**



**fator de enriquecimento**

**pH**

**Forma neutra dos analitos  
(eficiência e a seletividade)**



# ANÁLISE CROMATOGRÁFICA

- ✓ **Bastante versátil**
- ✓ **Análises qualitativas e quantitativas em curto intervalo de tempo**
- ✓ **Automatizável**
- ✓ **Elevada resolução, eficiência e sensibilidade**

**GC/LC-MS** { **Muito eficaz para a análise simultânea**  
**Elevado custo de aquisição e manutenção**

**LC-DAD** { **Menos dispendiosa e bastante sensível ( $\mu\text{g L}^{-1}$ )**  
**DAD avaliação da pureza por comparação espectral**



# DLLME - Aplicações



**Journal of Saudi Chemical Society**  
 Volume 18, Issue 6, December 2014, Pages 745-761  
 open access



Review

The recent developments in dispersive liquid–liquid microextraction for preconcentration and determination of inorganic analytes

H.M. Al-Saidi  , Adel A.A. Emara

 Show more

<https://doi.org/10.1016/j.jscs.2011.11.005>

**A DLLME largamente empregada para metais Mas a determinação de compostos orgânicos já é uma realidade**



**Trends in Environmental Analytical Chemistry**  
 Volume 14, April 2017, Pages 1-18



Review

An overview of advances in dispersive liquid–liquid microextraction for the extraction of pesticides and emerging contaminants from environmental samples

Ednei Gilberto Primel <sup>a</sup>  , Sergiane Souza Caldas <sup>a</sup>, Liziane Cardoso Marube <sup>a</sup>, Ana Laura Venquiaruti Escarrone <sup>a, b</sup>

 Show more

<https://doi.org/10.1016/j.teac.2017.03.001> [Get rights and content](#)