Universidad Nacional Mayor de San Marcos
Universidad del Perú. Decana de América
Facultad de Química e Ingeniería Química
Escuela Profesional de Química

Desarrollo de un método analítico para la cuantificación de triclosán mediante microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) y cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) en muestras de agua natural

TESIS

Para optar el Título Profesional de Químico

AUTOR

Anthony Kleber RUÍZ CHÁVEZ

ASESOR

Dra. Gloria Alejandrina COSCO SALGUERO

Lima, Perú

2025



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

Referencia bibliográfica

Ruíz, A. (2025). *Desarrollo de un método analítico para la cuantificación de triclosán mediante microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) y cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) en muestras de agua natural*. [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Química e Ingeniería Química, Escuela Profesional de Química]. Repositorio institucional Cybertesis UNMSM.

Metadatos complementarios

Datos de autor	
Nombres y apellidos	Anthony Kleber Ruíz Chávez
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	72534292
URL de ORCID	https://orcid.org/0009-0009-4227-2593
Datos de asesor	
Nombres y apellidos	Gloria Alejandrina Cosco Salguero
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	10156613
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0001-7699-9023
Datos del jurado	
Miembro del jurado 1	
Nombres y apellidos	Gerardo De Lama Carrillo
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	10426066
Datos de investigación	
Línea de investigación	Remediación de agua, aire y suelo
Grupo de investigación	Química analítica aplicada a medio ambiente y alimentos (QAMALI)
Agencia de financiamiento	SIN FINANCIAMIENTO

Ubicación geográfica de la investigación	Lima
Año o rango de años en que se realizó la investigación	2023-2025
URL de disciplinas	**https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#1.04.07**

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS
(Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE QUÍMICA E INGENIERÍA QUÍMICA
Central: 619 7000 anexos 1230 Telefax: 1209
Ciudad Universitaria – Calle Germán Amezaga 375 – Lima 1

ESCUELA PROFESIONAL DE QUÍMICA

ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS

Los suscritos miembros del Jurado nombrados por la Dirección de la Escuela Profesional de Química, bajo la Presidencia del **Mg. Héctor Luis Gómez Ramírez** (Presidente), el **Mg. Gerardo De Lama Carrillo** (Miembro) y la **Dra. Gloria Alejandrina Cosco Salguero** (Asesora), habiendo presentado para tal efecto la **TESIS,** titulada **"DESARROLLO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE TRICLOSÁN MEDIANTE MICROEXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO DISPERSIVA (DLLME) Y CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ALTO RENDIMIENTO (HPLC) EN MUESTRAS DE AGUA NATURAL"** después de **SUSTENTADA Y APROBADA** la **TESIS** elaborado por el Bachiller en Química: **Anthony Kleber Ruíz Chávez;** para optar el **TÍTULO PROFESIONAL** de **QUÍMICO,** acordaron calificarlo con la **NOTA** de:

DIECIOCHO 18

(LETRA) **(NÚMERO)**

Ciudad Universitaria, 24 de octubre de 2025.

Mg. HÉCTOR LUIS GÓMEZ RAMÍREZ
PRESIDENTE

Mg. GERARDO DE LAMA CARRILLO
MIEMBRO

Dra. GLORIA ALEJANDRINA COSCO SALGUERO
ASESORA

Dra. GLORIA ALEJANDRINA COSCO SALGUERO
Directora de la E.P. de Química

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS ESCUELA ACADÉMICA PROFESIONAL DE QUÍMICA Facultad de Química e Ingeniería Química

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE
SAN MARCOS
Universidad del Perú, Decana de América

CERTIFICADO DE SIMILITUD

Yo, **Gloria Alejandrina Cosco Salguero** en mi condición de asesora acreditada con el Dictamen N° 00005-2025-EPQ-FQIQ/UNMSM de la tesis, cuyo título es **"DESARROLLO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LACUANTIFICACIÓN DE TRICLOSÁN MEDIANTE MICROEXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO DISPERSIVA (DLLME) Y CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ALTO RENDIMIENTO (HPLC) EN MUESTRAS DE AGUA NATURAL"**, presentado por el bachiller **Anthony Kleber Ruíz Chávez** para optar el título de QUÍMICO.

CERTIFICO que se ha cumplido con lo establecido en la Directiva de Originalidad y de Similitud de Trabajos Académicos, de Investigación y Producción Intelectual. Según la revisión, análisis y evaluación mediante la plataforma PIDS, el documento evaluado cuenta con el 13% de similitud, nivel **PERMITIDO** para continuar con los trámites correspondientes y para su **publicación en el repositorio institucional.**

Se emite el presente certificado en cumplimiento de lo establecido en las normas vigentes, como uno de los requisitos para la obtención del título correspondiente.

Lima, 24 de noviembre de 2025

Firma de la Asesora _____

Nombres y Apellidos del asesor: GLORIA ALEJANDRINA COSCO SALGUERO.

DNI 10156613.

INDICE

RESUMEN

RESUMEN **4**

I. INTRODUCCIÓN **12**

I.1. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA **14**

I.1.1. DETERMINACIÓN DEL PROBLEMA **14**

I.1.2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA **15**

I.2. OBJETIVOS 16

I.2.1. OBJETIVO GENERAL **16**

I.2.2. OBJETIVO ESPECIFICO **16**

I.3. IMPORTANCIA Y ALCANCE DE LA INVESTIGACIÓN 16

I.4. LIMITACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN 17

II. REVSISIÓN DE LITERATURA **18**

II.1. MARCO TEÓRICO 18

II.1.1. TRICLOSÁN 18

II.1.1.2. PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS 19

II.1.1.3. EFECTOS PARA LA SALUD Y MEDIO AMBIENTE. 23

II.1.2. MICROEXTRACCIÓN LÍQUIDO DISPERSIVO – LÍQUIDO (DLLME) 24

II.1.2.1. SOLVENTES DISPERSANTES 25

II 1.2.2. SOLVENTES EXTRACTANTES 27

II.1.2.3. FORMACIÓN DE LA EMULSIÓN 29

II.1.2.4.TRANSFERENCIA DEL ANALITO 30

II.1.3.PRINCIPIOS PARA LA DLLME 30

II.1.3.1. FACTOR pH 30

II.1.3.2. CINÉTICA DE EXTRACCIÓN 31

II.1.3.3. CONSTANTE DE PARTICIÓN (K) 32

II.1.3.4. FACTORES TERMODINÁMICOS 33

II1.3.5. DIAGRAMA DE SOLUBILIDAD 33

II.2. ANTECEDENTES 34

III. HIPOTESIS **41**

IV. MATERIALES Y MÉTODOS **41**

IV.1. LUGAR Y TIEMPO 41

IV.2. DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL EXPERIMENTAL 41

IV.3. REACTIVOS 41
IV.4. EQUIPOS MENORES 42
IV.2.1. DISEÑO EXPERIMENTAL 43
IV.2.1.1 BARRIDO ESPECTRAL DEL ANALITO TRICLOSÁN 43
IV.2.2. OPTIMIZACIÓN DEL SOLVENTE DISPERSOR Y EXTRACTOR. 44
IV.2.3. ANÁLISIS DE TRICLOSAN POR HPLC 48
IV.2.4. APLICACIÓN DEL MÉTODO OPTIMIZADO EN MUESTRAS REALES 49
V. DISCUSIÓN DE RESULTADOS 53
V.1.1. ELECCIÓN DEL DISOLVENTE DISPERSANTE Y EXTRACTANTE 53
V.1.2. ANÁLISIS DE TRICLOSÁN (TCS) POR HPLC-UV 60
V.1.3. PRUEBAS EN AGUA REAL 67
VI. CONCLUSIONES 74
VII. RECOMENDACIONES 74
VIII. BIBLIOGRAFÍA **75**
IX. ANEXOS 88

RESUMEN

Para aplicar este principio fueron ensayados como solvente dispersante: etanol y acetonitrilo y como solvente extractante: 1-dodecanol. Ambos solventes en un rango de 1.0 mL a 6.0 mL, asistido por agitación en vortex y baño ultrasonido. Finalmente, la molécula del triclosán fue extraída con el solvente extractante y cuantificado en un cromatógrafo líquido (HPLC) Agilent modelo 1100 con detector UV, bomba cuaternaria, columna de fase reversa Eclipse XDB-C18 con tamaño de partícula de 5µm, diámetro interno de 4.6 mm y 150 mm de longitud, para la adquisición de datos fue utilizado el software Chemstation. Las muestras fueron analizadas con las siguientes condiciones cromatográficas: fase móvil compuesta por 85.0% metanol HPLC y 15.0 % de agua de grado HPLC en modo isocrático, longitud de onda: 280 nm, flujo de 1.0 mL/min, volumen de inyección de 20 µL y tiempo de análisis de 10 minutos. Los resultados experimentales demuestran que con el uso del solvente dispersante etanol se obtuvieron porcentajes de recuperación por encima del 90.0% con volúmenes entre 1.0 mL a 5 mL, por otro lado, las muestras analizadas con el solvente dispersante acetonitrilo mostraron porcentajes de recuperación sobre el 93.0%. Estos porcentajes de recuperación se encuentran dentro del criterio de aceptación de recuperación para compuestos orgánicos al nivel de trazas (rango óptimo de recuperación 85.0 a 115.0%).

ABSTRACT

To apply this principle, ethanol and acetonitrile were tested as dispersing solvent and 1-dodecanol as extracting solvent. Both solvents in a range of 1.0 mL to 6.0 mL, assisted by vortex stirring and an ultrasound bath. Finally, the triclosan molecule was extracted with the extracting solvent and quantified in an Agilent model 1100 liquid chromatograph (HPLC) with UV detector, quaternary pump, Eclipse The following samples were analyzed with the chromatographic conditions: mobile phase composed of 85.0% HPLC methanol and 15.0% HPLC grade water in isocratic mode, wavelength: 280 nm, flow of 1.0 mL/min, injection volume of 20 µL and analysis time of 10 minutes. The experimental results demonstrate that with the use of the dispersant solvent ethanol, recovery percentages above 90.0% were obtained with volumes between 1.0 mL to 5 mL, on the other hand, the samples analyzed with the dispersant solvent acetonitrile showed recovery percentages above 93.0%. These recovery percentages are within the recovery acceptance criteria for organic compounds at the trace level (optimal recovery range 85.0 to 115.0%).

ABREVIATURAS

- LLE (Extracción líquido-líquido).
- DLLME (Microextracción líquido-líquido dispersiva).
- MTCS (Metiltriclosán).
- TCS (Triclosán).
- UHPLC (Cromatografía líquida de ultra alto rendimiento).
- HF-DLLME (Microextracción líquido-líquido dispersiva sobre soporte de fibra hueca).
- VA – DLLME (Microextracción líquido-líquido dispersiva asistida por vórtex)
- HPLC-DAD (Cromatografía líquida de alto rendimiento con detector de diodos)
- PCP (Fenciclidina)
- LPME (Miniaturizada de extracción líquido-líquido)
- FAO (Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura).
- BFL (Blanco fortificado en el laboratorio).
- MFL (Muestra fortificado en el laboratorio).

LISTA DE FIGURAS

1. Figura 1. Estructura química del triclosán.
2. Figura 2. Espectro Infrarrojo del Triclosán extraído de Spectral Database for Organic Compounds SDBS
3. Figura 3. Etapas del proceso de microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME).
4. Figura 4. Tipos de disolventes orgánicos dispersantes utilizados para DLLME.
5. Figura 5. Tipos de disolventes orgánicos extractantes utilizados para la DLLME. A. Hidrocarburos halogenados de alta densidad; B. Disolventes de densidad inferior a la del agua.
6. Figura 6. Mecanismo de la DLLME
7. Figura 7. Esquema de las dos etapas del procedimiento operativo de DLLME. En la situación inicial (a) se mezclan los tres disolventes implicados y se forma una solución turbia. Tras la sedimentación (y/o centrifugación), se originan dos fases (b): una es la mezcla agua-dispersante y la otra es el extractante que contiene el analito.
8. Figura 8: Muestra 1.
9. Figura 9. Muestra 2.
10. Figura 10: Muestra 1 de TCS/H_2O de 27 mg/L.
11. Figura 11: Muestra 2de TCS/H_2O de 27 mg/L.
12. Figura 12: Muestras preparadas usando como disolvente dispersor Etanol.
13. Figura 13: Refrigeración de soluciones de trabajo a una temperatura de 3°C.

14. Figura 14: Parámetros establecidos en el equipo HPlC Agilent serie 1100 A, usando el software Chemstation.
15. Figura 15: Recolección de muestra de agua del Río Trapiche (Chillón) ubicado en el departamento de Lima, en la ciudad de Lima y distrito de Carabayllo, en las siguientes coordenadas 11°43’31.8’’S76°57’46’’W.
16. Figura 16: Agitación mediante un equipo Vortex Ika-Genius y un baño ultrasonido para mejorar la separación de fases.
17. Figura 17: Espectro UV de triclosán analizado en el espectrofotómetro UV-1700 Shimadzu, con una longitud de onda de 280-300 nm.
18. Figura 18: Espectro UV de triclosán analizado tomado de Nabil Shaikh, Saru Taujale, Huichun Zhang, Kateryna Artyushkova, Abdul-Mehdi S. Ali, and Jose M Cerrato Environ. Sci. Technol., Just Accepted Manuscript • DOI: 10.1021/acs.est.6b02673 • Publication Date (Web): 26 Sep 2016 Downloaded from http://pubs.acs.org on September 30, 2016

LISTA DE TABLAS Y GRÁFICAS

1. **Tabla N°1:** Variación de volúmenes del disolvente Metanol para la Microextracción líquido dispersivo – líquido.
2. **Tabla N°2:** Variación de volúmenes del disolvente Etanol para la Microextracción líquido dispersivo – líquido.
3. **Tabla N°3:** Variación de volúmenes del disolvente Acetonitrilo para la Microextracción líquido dispersivo – líquido.
4. **Tabla N°4:** Volúmenes optimizados para la microextracción liquido dispersivo liquido aplicado a muestras superficiales, usando como disolvente extractante 1-Dodecanol.
5. **Tabla N°5:** Volúmenes optimizados para la microextracción liquido dispersivo liquido aplicado a muestras superficiales, usando como disolvente extractante Iso-octano.
6. **Tabla N°6:** Datos para la preparación de la curva de calibración TCS/METOH.
7. **Tabla N°7:** Datos de la muestra problema Triclosán/Dodecanol obtenidos a partir de la integración de los cromatogramas.
8. **Gráfica N°1**: Curva de calibración de la muestra problema Triclosán/Dodecanol
9. **Tabla N°8:** Variación de volúmenes de los disolventes dispersantes para la Microextracción líquido dispersivo – líquido, usando como dispersante Etanol.
10. **Tabla N°9:** Variación de volúmenes de los disolventes dispersantes para la Microextracción líquido dispersivo – líquido, usando como dispersante Acetonitrilo.
11. **Tabla N°10:** Variación de volúmenes del disolvente dispersante Etanol y la masa teórica para una alícuota de 10 mL de muestra de agua.

12. **Tabla N°11:** Variación de volúmenes del disolvente dispersante Acetonitrilo y la masa teórica para una alícuota de 10 mL de muestra de agua.
13. **Tabla N°12:** Datos extraídos de los cromatogramas de las soluciones stock para la creación de la curva de calibración .
14. **Grafica N°2:** Primera curva de calibración de las soluciones stock y las muestras problemas
15. **Grafica N°3**: Segunda Curva de calibración de las soluciones stock y las muestras problemas.
16. **Tabla N°13:** Datos extraídos de los cromatogramas de las soluciones stock para la creación de la curva de calibración con el disolvente dispersante Etanol.
17. **Tabla N°14:** Datos extraídos de los cromatogramas de las soluciones stock para la creación de la curva de calibración con el disolvente dispersante Acetonitrilo.
18. **Tabla N°15:** Datos extraídos de los cromatogramas para las muestras que contienen disolvente dispersante Etanol para calcular la concentración experimental.
19. **Tabla N°16:** Datos extraídos de los cromatogramas para las muestras que contienen disolvente dispersante Acetonitrilo para calcular la concentración experimental.
20. **Tabla N°17:** Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Etanol.
21. **Tabla N°18:** Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Acetonitrilo.
22. **Tabla N°19:** Datos extraídos por triplicado de los cromatogramas de las soluciones stock para la creación de la curva de calibración.
23. **Grafica N°4**: Curva de calibración de las soluciones stock y las muestras problemas.

24. **Tabla N°20**: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante metanol.
25. **Tabla N°21**: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Etanol.
26. **Tabla N°22**: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Acetonitrilo.
27. **Tabla N°23**: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Etanol y extractante Iso-octano.

I. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, surgió una nueva preocupación con respecto a la contaminación en las aguas naturales, lo cual ha captado la atención de la comunidad científica, asimismo de organismos a nivel internacional como International Water Resources Association (IWRA), FAO Land & water, OMS entre otros y a nivel nacional como Autoridad Nacional del Agua (ANA), Ministerio de ambiente (MINAM), entre otros. Esto se debe a la creciente presencia de contaminantes en los cuerpos de agua superficiales como ríos, lagos, pantanos, manglares y cuerpos de agua subterráneos como los acuíferos y como consecuencia su impacto ecológico es motivo de creciente preocupación[1]. El efecto de estos contaminantes en las aguas naturales es complejo y multifacético. Muchos de estos compuestos son resistentes a la degradación natural, lo que les permite persistir en el ambiente y bioacumularse en organismos acuáticos. Esto puede llevar a efectos adversos como la disrupción endocrina, la toxicidad aguda y crónica en la fauna acuática, y la alteración de las cadenas tróficas [2].

Los contaminantes emergentes son sustancias químicas sintéticas, que se encuentran en la actualidad como no reguladas y reguladas esto debido al riesgo que puedan generar en la salud humana en el tiempo [2]. Estos contaminantes se encuentran presenten en fármacos, pesticidas, jabones, productos de limpieza, cosméticos y artículos de cuidado personal, se han convertido en un foco de preocupación debido a su persistencia en el entorno acuático y su capacidad para acumularse en organismos acuáticos [3].

Dentro de esta problemática ambiental destaca la presencia de triclosán (TCS) como contaminante emergente, el cual es un hidrocarburo aromático halogenado y tiene como nomenclatura “5-cloro-(2,4-diclorofenoxi) fenol”, es una sustancia química que presenta un amplio espectro antimicrobiano, por tal motivo es parte de la formulación de los productos de cuidado personal denominados antisépticos. Se ha comprobado que la molécula del triclosán actúa como un disruptor endocrino, lo que significa que puede alterar la actividad hormonal natural del cuerpo humano [4]. Estudios recientes han demostrado la presencia de triclosán en ríos, lagos y sistemas de tratamiento de aguas, donde puede afectar la calidad del agua y la biodiversidad [3,5]. Su toxicidad ha sido documentada en diversas especies acuáticas, donde se evidencia cambios en la reproducción, desarrollo y comportamiento. Además, el triclosán ha sido objeto de debate

por su potencial para contribuir a la resistencia antimicrobiana, un fenómeno que representa una amenaza crítica para la salud pública global [6].

Durante la última década diversos grupos de investigación se enfocaron en desarrollar métodos analíticos para cuantificar triclosán en matrices ambientales utilizando técnicas como extracción líquido-líquido, extracción en fase sólida, microextracción en fase sólida entre otros [7]. Una alternativa es el uso de técnicas analíticas que minimicen su impacto en el medio ambiente y la salud humana como la microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME), el cual utiliza volúmenes del orden de mililitros para separar y cuantificar analitos. La DLLME es una técnica de extracción y preconcentración de muestras que cumple los requisitos de miniaturización, bajo costo, velocidad y eficacia de extracción y con alto potencial de aplicación. Se basa en el proceso de partición de analitos entre dos fases líquidas inmiscibles, una de las cuales es la fase acuosa (la muestra) y la otra una fase orgánica (disolvente orgánico) [8].

En este trabajo, se desarrolló un método basado en DLLME para la determinación de triclosán en muestras de agua natural. Con el fin de mejorar la eficiencia de extracción y la sensibilidad del método, se evaluaron distintas combinaciones de disolventes dispersantes y extractantes, considerando la miscibilidad, polaridad, volumen óptimo y capacidad de formación de emulsiones estables. Esta selección permitió establecer las condiciones experimentales más adecuadas para lograr una extracción eficaz del analito triclosán.

I.1. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

• Determinación del problema

Las técnicas tradicionales de pretratamiento de muestras, como la extracción líquido-líquido (LLE) y la extracción en fase sólida (SPE), suelen ser procesos lentos y laboriosos. A menudo, requieren el uso de disolventes orgánicos peligrosos y volúmenes de muestra que pueden superar 1 litro. En el caso del análisis de ultratrazas mediante LLE, es imprescindible emplear grandes cantidades de disolventes muy puros, y la evaporación posterior es un paso necesario para alcanzar una preconcentración significativa [9,10].

La preparación de la muestra en un proceso analítico que generalmente implica un procedimiento de extracción, cuyo objetivo fundamental es aislar y concentrar los compuestos de interés presentes en una matriz. La eficacia de la extracción puede diferir en términos de selectividad, rapidez y practicidad, y depende tanto del método y las condiciones empleadas como de la disposición geométrica de la fase de extracción [11].

La extracción líquido-líquido (LLE) es una técnica analítica utilizada para transferir el analito de una fase acuosa a un disolvente que no se mezcla con el agua. Es una metodología comúnmente aplicada en la preparación de muestras. No obstante, presenta algunas limitaciones, como la formación de emulsiones, el uso de grandes cantidades de muestra y de disolventes orgánicos tóxicos, lo que genera una considerable cantidad de residuos líquidos contaminantes [12]

La microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) fue introducida como nueva técnica de microextracción empleando un método de preconcentración potente y de alto rendimiento [13]. Con el motivo de desarrollar métodos de microextracción que sean eficientes, económicos y de formato miniaturizado para la preparación de muestras [14]. La DLLME es una de las técnicas más efectivas en este ámbito. El proceso de extracción ocurre entre la muestra y una nube de diminutas gotas de extractante, las cuales se generan cuando la mezcla de disolventes de extracción y dispersantes se incorpora a la muestra acuosa. Al dispersar dicho extractante en la fase de una solución de ensayo, se generan diminutas gotas, con tamaños de partícula que pueden alcanzar décimas o centésimas de micra. Esto provoca un notable incremento en la superficie disponible para el intercambio de masa [14,15]. Es por ello que la microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) se ha utilizado con éxito para la detección de una amplia variedad de contaminantes, incluidos pesticidas, metales pesados, productos farmacéuticos y La microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME). Compuestos emergentes, todos ellos presentes en

las aguas residuales y que requieren técnicas sensibles y precisas para su identificación [16].

La DLLME ha surgido como una técnica eficiente para extraer y preconcentrar varios compuestos de muestras acuosas. Se ha aplicado con éxito para determinar triclosán, metiltriclosán y otros compuestos relacionados con los contaminantes emergentes en agua [17]. La combinación de DLLME con HPLC ha surgido como una solución innovadora y eficaz para la detección de contaminantes en matrices acuosas complejas, ofreciendo mejoras en términos de sensibilidad, selectividad, velocidad de análisis y sostenibilidad ambiental[18,19]. Fue impulsada por la necesidad de mejorar la sensibilidad, selectividad y eficiencia en el análisis de contaminantes presentes en matrices complejas, como el agua naturales y residuales. Esta sinergia entre la preconcentración rápida y eficiente que proporciona la DLLME y la capacidad de separación de alta resolución de la HPLC ha permitido superar las limitaciones de los métodos analíticos tradicionales, proporcionando una alternativa más rápida y efectiva para el análisis de contaminantes en aguas residuales [20].

- ## Formulación del problema

  ¿Es posible desarrollar un método analítico para determinar triclosán en agua superficial basada en microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) y HPLC?

I.2. OBJETIVOS

I.2.1. OBJETIVO GENERAL:

- ✓ Desarrollar de un método analítico para determinar triclosán en agua superficial basada en microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) y HPLC.

I.2.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS:

- ✓ Establecer la curva de adsorción para el analito triclosán en medio acuoso.
- ✓ Optimizar el volumen del disolvente dispersante y extractante para la molécula de triclosán.
- ✓ Cuantificar mediante HPLC con detector UV el analito triclosán.
- ✓ Aplicación del método optimizado por microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) en muestras de aguas reales.

I.3. Importancia y alcance de la investigación

El presente trabajo de investigación es importante porque permite desarrollar un método analítico basado en técnicas modernas para proteger el medio ambiente y la salud de la población.

El método a desarrollarse utiliza la técnica de microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) para preconcentrar analitos que se encuentran presentes al nivel de partes por millón en muestras de agua superficial, este principio requiere volúmenes mínimos de solventes para la preconcentración, identificación y cuantificación de triclosán en muestras de aguas naturales. Para el estado peruano y la población es importante contar con método que permita el seguimiento de nuevos contaminantes emergentes y proteger los cuerpos de agua en el Perú.

I.4. Limitación de la investigación

La aplicación o alcance del presente trabajo de investigación es para muestras de agua natural que presentan valores de pH entre 6.50 y 7.50 unidades de pH.

Una limitación desde el punto de vista analítico es no contar con un sistema HPLC con detector de arreglo de diodos (DAD), en su lugar se trabajó con un sistema HPLC con detector UV-VIS. Este último sistema permite la identificación solo con el tiempo de retención. Sin embargo, para investigación y desarrollo de métodos analíticos es una limitante no contar con información de los espectros de absorción de cada uno de los componentes que eluyen de la columna cromatográfica.

II. REVISIÓN DE LITERATURA

II.1. MARCO TEÓRICO

II.1.1. Triclosán

El triclosán, químicamente conocido como 5-cloro-2-2,4-diclorofenoxi fenol, fue sintetizado y patentado por la compañía suiza Ciba-Geigy en 1964. Ha sido usado en muchos productos consumibles como agente antibacteriano y antifúngico, incluida la pasta de dientes, jabones, desodorantes y el enjuague bucal[3]. De hecho, los primeros estudios de seguridad in vivo con triclosán fueron publicados en 1968 y la experimentación ha continuado desde entonces. Sobre la base de esta evidencia, en la década de los 90 su consumo se expandió a productos de higiene personal ya que puede matar a una amplia gama de gérmenes y, por lo tanto, prevenir infecciones. Sin embargo, a principios de los años 2000, el mundo científico se planteó la pregunta ¿de qué manera el triclosán podría afectar la salud humana o el medio ambiente? El triclosán ha demostrado capacidad como interferente endocrino y que puede contribuir a la resistencia de las bacterias, por lo que su seguridad en productos de consumo ha sido cuestionada. La Dirección General de Salud Ambiental (DIGESA) en Perú regula los productos de aseo personal que contienen triclosán, estableciendo un límite máximo de concentración del 0.3% en alineación con las regulaciones internacionales. Los productos deben pasar por un proceso de evaluación y registro antes de ser comercializados, y las etiquetas deben informar claramente sobre la presencia de triclosán y las precauciones necesarias para su uso seguro. Además, DIGESA prohíbe el uso de triclosán en ciertos productos de higiene corporal, como jabones y geles antibacterianos, debido a preocupaciones sobre la resistencia bacteriana y los efectos negativos en la salud y el medio ambiente. Como medida, varias agencias reguladoras incluida la de Alimentos y Medicamentos de los Estados Unidos (FDA) y la Agencia Europea de Medicamentos (EMA) revisaron la seguridad de triclosán y solicitan ciertas restricciones con respecto a él. En 2016, la FDA prohibió el uso de triclosán e incluso varios otros ingredientes activos en productos de limpieza y lociones corporales vendidos en Estados Unidos debido a la falta de evidencia de beneficios significativos para la salud y a las preocupaciones sobre sus posibles efectos adversos.[3,21–23]

No obstante, el triclosán sigue siendo permitido en otros usos, como en productos médicos o de uso profesional, por ejemplo, en soluciones para el lavado de manos quirúrgico y jabones para el lavado de pacientes. La historia de este producto refleja la evolución de la comprensión científica sobre los efectos de los productos químicos en la salud humana y el medio ambiente, así como la necesidad de la adecuada regulación para proteger a los consumidores y al planeta[6,24,25].

II.1.1.2. Propiedades Fisicoquímicas

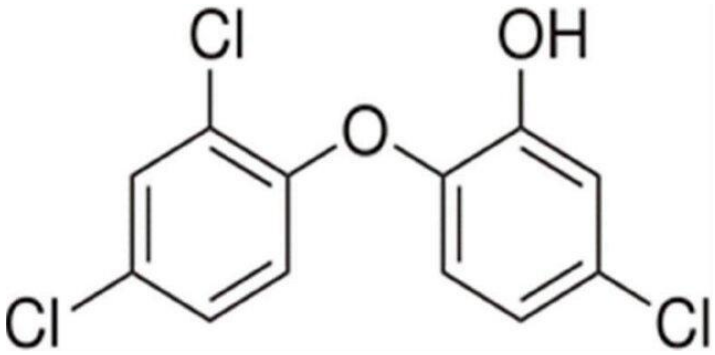


Figura 1. Estructura química del triclosán [26].

a) **Estado físico:** El triclosán se presenta como un sólido cristalino que puede variar en color desde blanco hasta amarillento, dependiendo de su grado de pureza. Generalmente, estos cristales son inodoros, aunque en ocasiones pueden emitir un leve aroma a fenol[26]**.**

b) **Punto de fusión:** El triclosán tiene un punto de fusión aproximado de 329 K (56°C). Esta temperatura relativamente baja para un sólido permite que sea manipulado y disuelto con mayor facilidad en ciertos procesos de fabricación de productos en la industria química [27].

c) **Solubilidad**: Una de las características más notables del Triclosán es su incapacidad para disolverse en agua. Esta propiedad es crucial para su aplicación en productos que no deben disolverse fácilmente en este líquido, como jabones y cremas. No obstante, es soluble en disolventes orgánicos como el etanol, el cloroformo y bases fuertes [28].

d) **Reactividad:** El triclosán es reconocido como un efectivo agente antibacteriano y fungicida. Su acción antimicrobiana se fundamenta en la inhibición de la síntesis de ácidos grasos en microorganismos. Esto se logra interfiriendo con la enzima enoyl-ACP reductasa (ENR), esencial para la biosíntesis de lípidos en bacterias. Al unirse a esta enzima, el triclosán impide la producción de los lípidos requeridos para la formación de membranas celulares bacterianas, lo que conduce a la muerte de las mismas [25,26].

e) **Estabilidad química:** La estabilidad del triclosán se atribuye parcialmente al impacto del efecto inductivo de los átomos de cloro, los cuales eliminarán la densidad electrónica del anillo bencénico, incrementando de esta manera la resistencia a las reacciones de oxidación. Esta resistencia se agudiza debido al enlace éter (COC) que une ambos anillos bencénicos, lo que complica la fractura de la estructura molecular y, por ende, su descomposición.

   No obstante, a pesar de que el triclosán suele ser estable, su estabilidad puede ser alterada ante la presencia de luz UV. En situaciones de exposición a la radiación solar, puede sufrir fotólisis, generando residuos tóxicos, entre ellos algunos tipos de dioxinas cloradas. Este procedimiento es especialmente significativo en entornos acuáticos, donde la luz solar puede provocar la creación de dioxinas, que son mucho más persistentes y tóxicas, constituyendo un peligro. Adicionalmente, bajo condiciones de pH neutro o alcalino, el triclosán tiene la capacidad de desprotonarse, lo que incrementa su solubilidad en agua y simplifica su traslado en el entorno [29,30].

f) **pH:** Esta propiedad afecta la estabilidad y solubilidad del triclosán en soluciones acuosas, influyendo también en su comportamiento ambiental y en su interacción con organismos. En su estructura química, el triclosán tiene un grupo hidroxilo (-OH), que le permite actuar como un ácido débil con un pKa de aproximadamente 7.9. Esto significa que en un medio ácido (pH < 7.0), el triclosán se presenta en su forma neutra, sin disociarse, lo que le otorga una mayor lipofilicidad y, por ende, una tendencia a acumularse en tejidos grasos y ambientes poco polares [31]. En cambio, a un pH alcalino (pH > 7.9), el triclosán se desprotona y se convierte en un ion triclosanato (forma aniónica), aumentando su solubilidad en agua. Esta ionización afecta la movilidad y distribución del triclosán en el medio ambiente.

En su forma aniónica, el triclosán es más móvil en medios acuosos, lo que facilita su transporte en cuerpos de agua y aumenta su disponibilidad en ecosistemas acuáticos, donde puede afectar a la fauna y flora. Sin embargo, esta forma es menos bioacumulativa que la forma neutra, ya que es menos probable que cruce las membranas celulares lipofílicas [27,30].

g) **Espectroscopía ultravioleta-visible (UV-Vis)**: El triclosán contiene un sistema conjugado de dobles enlaces (C=C) y un grupo fenólico (C-OH). La conjugación se refiere a la alternancia de enlaces simples y dobles en una molécula, lo que permite la deslocalización de electrones π (pi) a lo largo de la estructura. Esta deslocalización disminuye la diferencia de energía entre los niveles electrónicos, lo que facilita transiciones electrónicas con luz UV de menor energía. Los anillos aromáticos del triclosán son sistemas conjugados, es decir, tienen enlaces dobles y sencillos alternados, lo que permite que los electrones π se deslocalicen a través de los anillos [28]. Esta deslocalización hace que el sistema sea estable y que absorba energía específica en la región del UV. En particular, el triclosán tiene dos anillos aromáticos y enlaces cloro, que también afectan la energía de los orbitales electrónicos y, en consecuencia, la longitud de onda en la que ocurre la absorción. Al colocarse una solución de triclosán en el espectrofotómetro UV-Vis, esta absorbe luz a una longitud de onda que coincide con la variación energética entre los orbitales π (estado base) y π* (estado excitado). La banda de absorción a 280 nm, propia de los compuestos aromáticos halogenados, señala una estructura que posee resonancia conjugada. a causa de las transiciones electrónicas de los electrones en sus anillos aromáticos. Esta absorción, en términos químicos, está vinculada a las transiciones π-π * que ocurre cuando los electrones en los enlaces dobles conjugados del anillo bencénico absorben la energía de la luz UV y pasan de un estado de energía inferior a uno superior [27].

h) **Espectroscopía infrarroja (IR):** El triclosán presenta grupos funcionales presentes (como los enlaces C-Cl, C-O y O-H), los cuales absorben radiación infrarroja a frecuencias específicas como se aprecia en la figura 2.

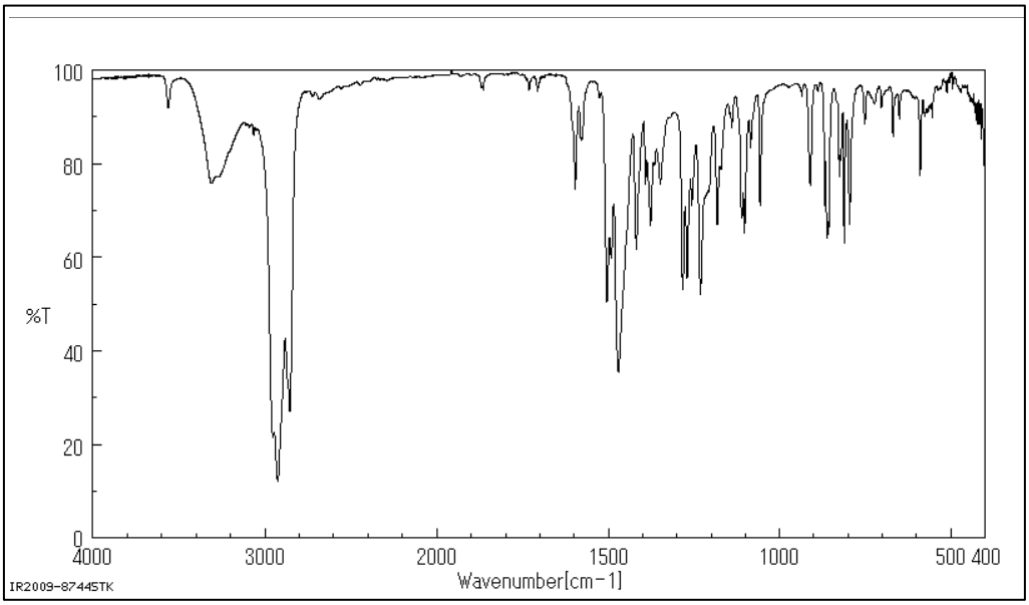


Figura 2. Espectro Infrarrojo del Triclosán extraído de Spectral Database for Organic Compounds SDBS [32]

- 3200-3600 cm^{-1} (O-H): Esta región muestra una banda ancha y fuerte debido a la vibración de estiramiento del grupo hidroxilo (OH) en el grupo fenólico. Esta banda puede ser algo desplazada y más ancha debido al enlace de hidrógeno intramolecular.

- 3000-3100 cm^{-1} (C-H aromático): Se observan bandas de estiramiento en esta región correspondientes a los enlaces C-H en el anillo aromático.

- 1600-1500 cm^{-1} (C=C aromático): Las bandas de estiramiento del doble enlace carbono-carbono en el anillo bencénico aparecen en esta región.

- 1200-1300 cm^{-1} (C-O): Las bandas de estiramiento del enlace éter (C-O-C) del triclosán aparecen en esta región.

- 600-800 cm^{-1} (C-Cl): Las bandas de estiramiento de los enlaces carbono-cloro (C-Cl) se encuentran en esta región.

II.1.1.3. Efectos para la salud y medio ambiente.

a) Efectos endocrinos

Algo más que preocupa en cuanto al triclosán es su efecto disruptor de la función endocrina. Al respecto, se ha demostrado que el triclosán puede en realidad actuar como un disruptor endocrino. En otras palabras, al crear un obstáculo a través de la producción y regulación de hormonas. Esto puede conducir a problemas de desarrollo, especialmente en las etapas adolescente e infantil, pero también a trastornos hormonales en el desarrollo adulto [33].

b) Resistencia bacteriana

El uso generalizado del triclosán ha contribuido a la aparición de bacterias resistentes a los antibióticos. Al exponerse continuamente a este compuesto, las bacterias pueden desarrollar mecanismos de resistencia, lo que dificulta el tratamiento de infecciones bacterianas y aumenta el riesgo de propagación de enfermedades resistentes [33].

c) Contaminación de aguas

El triclosán (TCS) es un contaminante persistente común en cuerpos de aguas superficiales, incluidos ríos, lagos y océanos. Dada su característica de lenta descomposición, puede acumularse dentro del entorno y llegar a afectar la vida marina. Ha sido detectado en altos niveles en las aguas residuales y en organismos acuáticos y ha demostrado tener impacto en su biodiversidad. En un estudio en Plantas de Tratamiento de Aguas— PTAR— se hallaron niveles de triclosán en las muestras de agua de vertido [3]. Las concentraciones medidas en el arroyo fueron de 63.0 ng/L. Por otro lado, los niveles identificados en diversos estudios se encuentran entre no detectables hasta concentraciones altas como 74.0 µg/L. La elevada persistencia y la alta capacidad de bioacumulación del triclosán, unidas a su baja remoción en los procesos de tratamiento de aguas, han llevado a su consideración como contaminante de preocupación en el entorno ambiental [3,6,31].

II.1.2. Microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME)

La química analítica es un campo que ha evolucionado hasta contar con técnicas actualizadas u optimizadas, las cuales son producto de mejoras de las técnicas existentes. Una de las antiguas y más usadas ha sido la extracción líquido-líquido (LLE) desde principios del siglo XIX. La distribución de analitos es diferente en dos fases líquidas inmiscibles, que son generalmente una fase acuosa y una fase orgánica. La innumerable cantidad de trabajos de investigación basados en LLE para aislar y concentrar analitos de interés en matrices alimentarias o matrices ambientales entre otros son una muestra de su versatilidad. A lo largo del tiempo, también se encontraron limitaciones para la LLE, en la práctica, uno de los problemas más extendidos para resolver es la formación de emulsiones, difíciles de separar. Además, los grandes volúmenes de solventes orgánicos, los cuales son tóxicos representa una gran preocupación de seguridad y para el medio ambiente [34]. La etapa de preparación de la muestra es vital para la mayoría de los análisis químicos. Su propósito principal es eliminar los interferentes matriciales y adecuar la muestra al detector, que incluye la eliminación y concentración de los analitos. La microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) es una técnica de extracción en fase líquida que ha revolucionado el pretratamiento de muestras en análisis químico [34]. Los procedimientos tradicionales de DLLME consisten en la creación de microvolúmenes de fase extractante dentro de la fase donadora, lo que incrementa la superficie de contacto y reduce significativamente el tiempo de transferencia entre fases. Para este proceso, se inyecta una mezcla de disolvente extractante (inmiscible con la fase donadora) y disolvente dispersante (miscible con ambas fases) en una muestra acuosa [15,35]. El disolvente extractante facilita la formación de microgotas, las cuales permiten una transferencia extremadamente rápida entre las fases debido a la gran área de superficie de contacto; así, el equilibrio se alcanza casi instantáneamente y la extracción se independiza del tiempo, constituyendo esta la principal ventaja del método. Luego, la mezcla se somete a centrifugación, y las finas gotas de la fase extractante se sedimentan en el fondo del tubo. Comparada con la LLE, la DLLME ofrece ventajas significativas en términos de eficiencia, sostenibilidad y rapidez. Sin embargo, es importante reconocer que la DLLME también enfrenta desafíos, como la necesidad de optimización para diferentes tipos de muestras y la posible dificultad en la recuperación de analitos en matrices complejas. A pesar de estos desafíos, la DLLME ha demostrado ser una técnica poderosa en aplicaciones como la detección de contaminantes en agua, análisis de alimentos y en la industria farmacéutica [16].

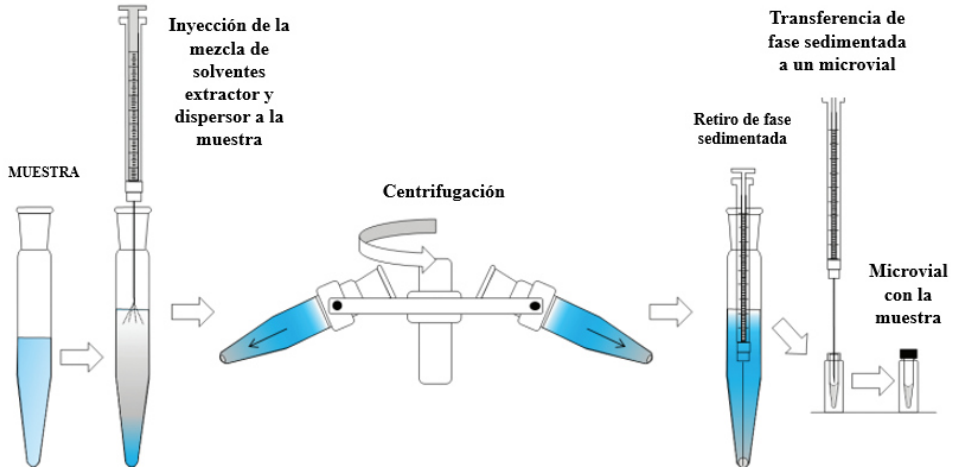


Figura 3. Etapas del proceso de microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) [36].

II.1.2.1. Solventes dispersantes

Estos solventes de dispersión son necesarios para la creación de una emulsión estable, la cual facilite la transferencia de los analitos desde la fase acuosa al disolvente extractante. Es decir, deben ser miscibles con ambos lugares, sirviendo como un puente entre las dos fases. Esta propiedad de miscibilidad es necesaria para poder formar una dispersión uniforme de la fase acuosa con el disolvente extractante, y por ende, maximizar la cantidad de área de contacto y, en consecuencia, eficacia de extracción [37]. Tienen una polaridad intermedia por lo que se pueden solubilizar en ambos tipos de fases. La elección del disolvente dispersante es seleccionada con base en los factores termodinámicos tales como la entalpía de mezcla y la entropía de la solución. La entalpía de mezcla debe ser favorable, para garantizar que la cantidad de energía liberada durante la mezcla del disolvente dispersante, el agua y el disolvente extractante pueda sobreponer a la energía necesaria para vencer fuerzas de cohesión presentes entre moléculas de la misma fase [36,38]. Favorece la dispersión molecular, lo que aumenta la probabilidad de interacción entre los analitos y las microgotas del disolvente extractante. Este fenómeno es crucial para la formación de una emulsión estable, ya que promueve la distribución de pequeñas gotas del disolvente extractante en la fase acuosa, optimizando el contacto entre fases. El volumen del disolvente dispersante también es un factor determinante, asegurando que haya una dispersión óptima sin una dilución completa del analito en la fase orgánica. Las fuerzas de dispersión de London crean una interacción además de las fuerzas de Van der Waals y los enlaces de hidrógeno. Son interacciones electrostáticas débiles que surgen

debido a los polos de dipolo inducidos en las moléculas y son críticas para la estabilidad de la emulsión. [39]

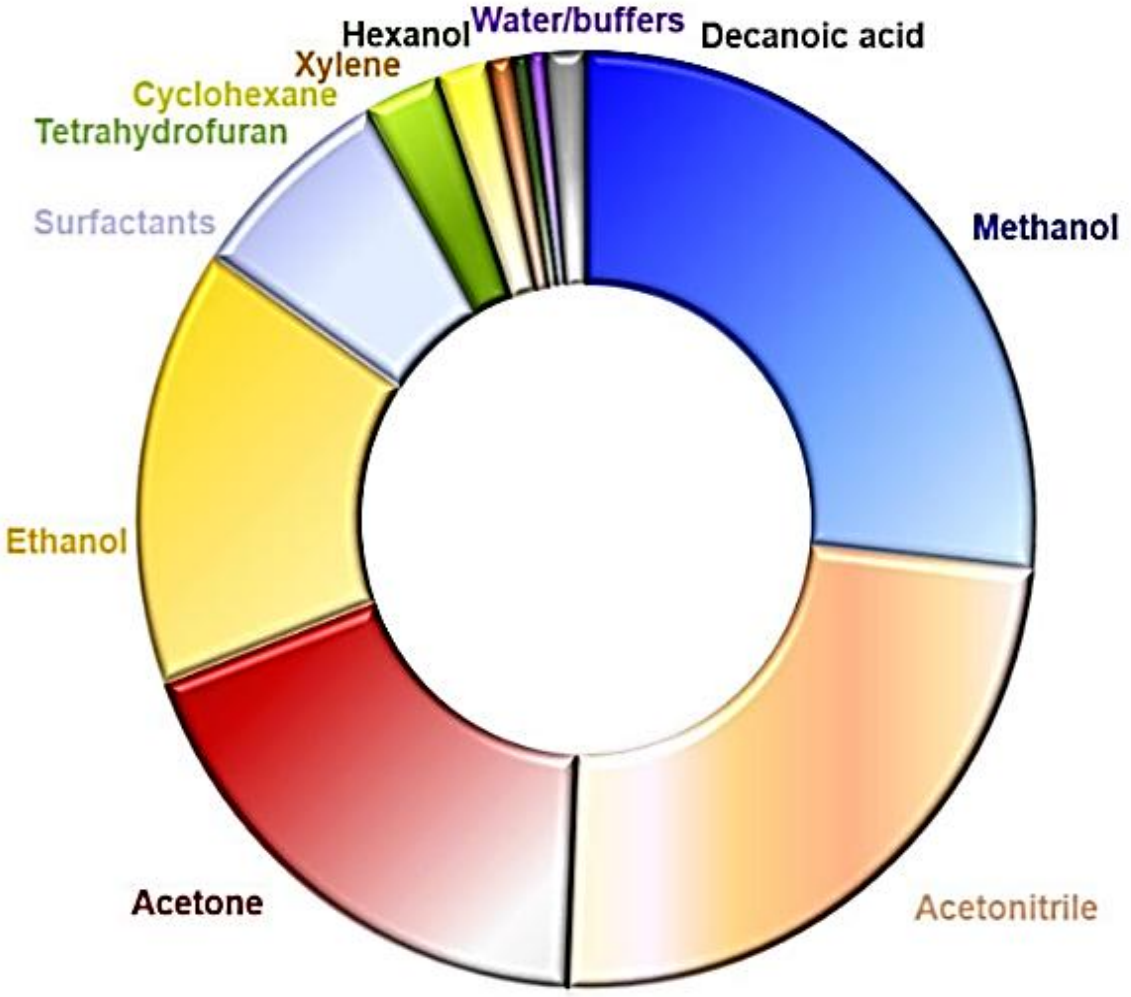


Figura 4. Tipos de disolventes orgánicos dispersantes utilizados para DLLME [40]

II 1.2.2. Solventes extractantes

Los solventes de extracción son esenciales para la creación de una emulsión estable, es decir, deben de ser miscibles con los dos lugares, ya que lo que hacen en realidad es ser un puente entre las dos fases. Para lograrlo, deben presentar una miscibilidad adecuada con el disolvente dispersante, permitiendo una distribución uniforme en la solución acuosa. Esta miscibilidad es esencial para maximizar el área de contacto entre fases, lo que incrementa la eficacia de extracción. Debido a su polaridad intermedia, los solventes extractantes pueden interactuar tanto con la fase acuosa como con el disolvente dispersante, favoreciendo la formación de microgotas bien distribuidas puesto que tienen una polaridad intermedia se solubilizan en ambos tipos de fases [37,40]. Es preciso seleccionar el disolvente dispersante de acuerdo con factores termodinámicos como la entalpía de mezcla y la entropía de la solución. Es decir, la entalpía de mezcla ha de ser favorable para que el calor producido cuando el disolvente dispersante, el agua y el disolvente extractante se mezclan, y el agua y el disolvente extractante, sufra un cambio que puede superar la energía necesaria para vencer las fuerzas de cohesión entre moléculas de la misma fase. Además, la entropía de la solución también tiene que ser mayor, lo que se traduce en una mayor dispersión molecular, lo que a su vez conlleva una mayor posibilidad de dispersión entre las moléculas del disolvente extractante [37,38,41]. Este desarrollo es esencial porque crea condiciones para una emulsión estable, lo que significa que las gotas del disolvente de extracción dispersas están distribuidas en la solución de agua. En términos del volumen del disolvente de extracción, se necesita menos para obtener esta dispersión sin diluir el analito en la fase orgánica de manera excesiva. Las fuerzas de dispersión de London son una forma de interacción adicional, junto con las de Van der Waals y los enlaces de hidrógeno. Tienen una naturaleza electrostática débil, son producidas por los dipolos inducidos en las moléculas y son esenciales para la estabilización de la emulsión [36,41].

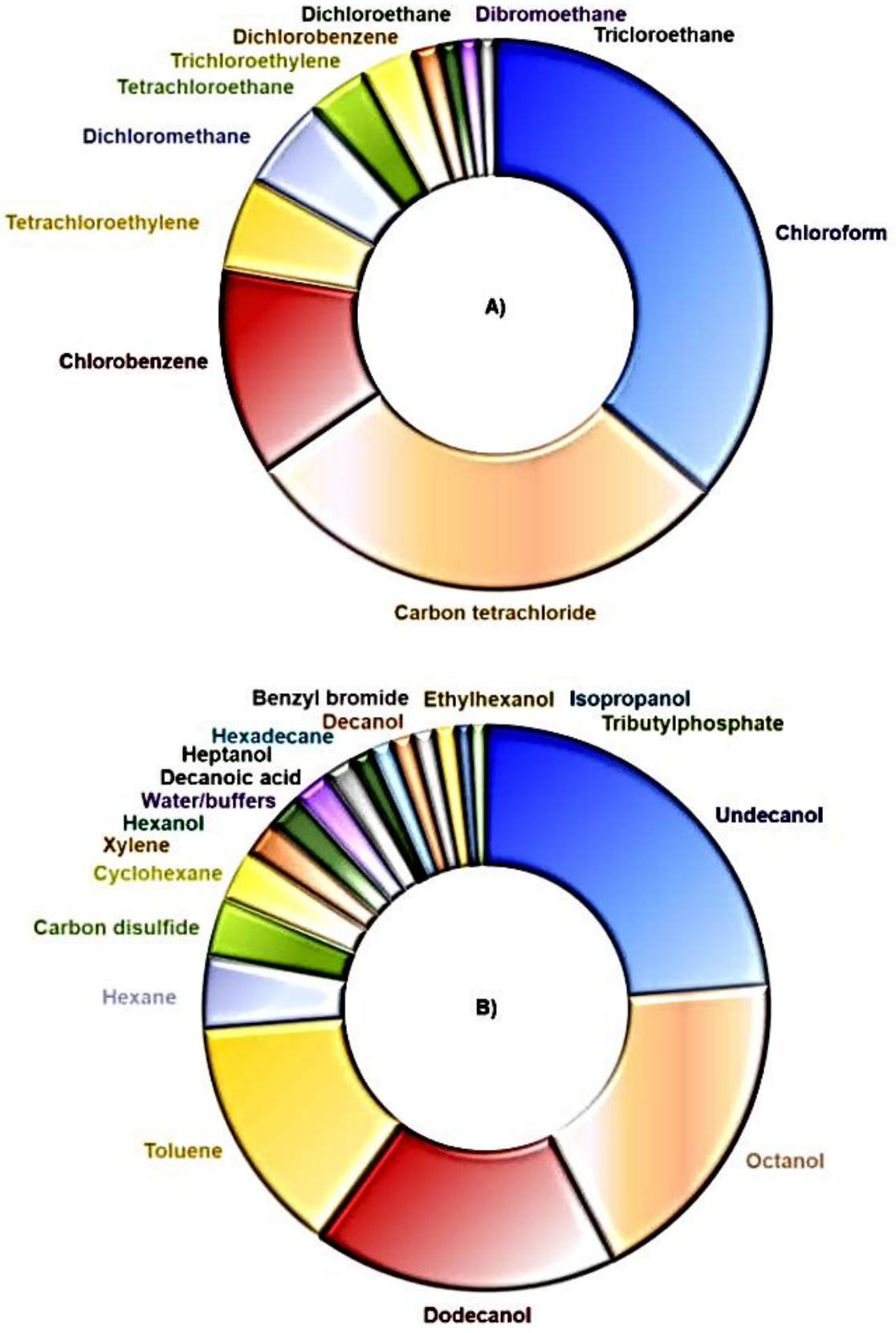


Figura 5. Tipos de disolventes orgánicos extractantes utilizados para la DLLME. A. Hidrocarburos halogenados de alta densidad; B. Disolventes de densidad inferior a la del agua [40].

II.1.2.3. Formación de la emulsión

La formación de emulsión es uno de los pasos fundamentales en DLLME, ya que aumenta la cantidad de interacción molecular entre las áreas de la fase acuosa y orgánica, lo que facilita el proceso de transferencia de analito. Esto ocurre como resultado de la reducción de la tensión interfacial de las dos fases inmiscibles. Cuando la mezcla de disolventes se introduce a través de la jeringa en la muestra acuosa, el disolvente para la dispersión de la fase se disuelve en ambas fases y, por lo tanto, la tensión superficial se reduce al mismo tiempo, lo que facilita la dispersión del disolvente extractante en forma de pequeñas gotas. En general, estas microgotas proporcionan un área de superficie bastante amplia de la interacción entre las fases, y los analitos se transfiere rápidamente de la fase acuosa a la fase orgánica. Se hace posible por la tensión interfacial y la teoría de la termodinámica de las soluciones. Además, una inyección rápida de la mezcla de disolventes en la fase acuosa provoca su turbulencia, además de La energía de dispersión dispersa al disolvente de extracción en picos. A cambio, la presencia de disolvente disperso disminuye la cantidad de energía necesaria para formar nuevas interfaces entre capas con las microgotas que forman [34,41].

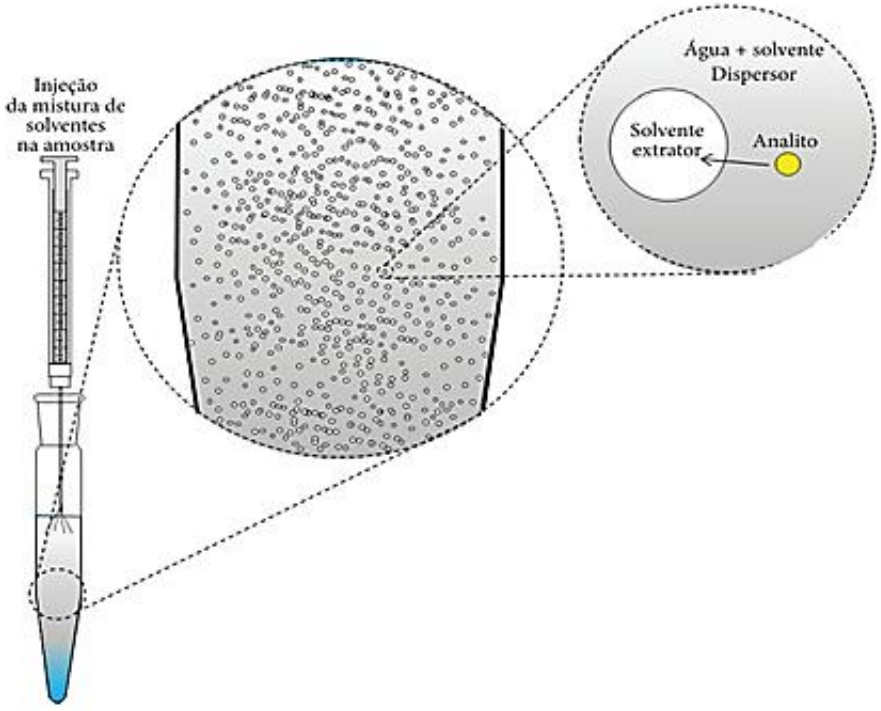


Figura 6. Mecanismo de la DLLME [36].

II.1.2.4. Transferencia del analito

Un factor crítico que determina la eficiencia de la extracción y la precisión del análisis en la microextracción líquido-líquido dispersiva es la transferencia del analito. Los analitos se transfieren de la fase acuosa al disolvente extractante a través de la fase aceptora, este último promueve una fina emulsión que incrementa la superficie de contacto entre ambas fases, mejorando así la eficiencia de extracción [15]. Distintos principios químicos bajo los que opera este proceso son la diferencia de solubilidad de los analitos en ambos disolventes, constante de partición y factores termodinámicos, así como la dinámica de difusión [8]. Cuando se inyecta el sistema de disolvente en la muestra acuosa, el disolvente dispersante desempeña el papel de dispersar las gotas finas de disolvente extractante. Esto crea una enorme área de contacto entre las fases, y los analitos se difunden entre las fases a través de esta área gracias a su diferencia de concentración [11,42].

II.1.3. Principios para microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME)

II.1.3.1. Factor pH

El pH de la solución acuosa es un parámetro crítico en la DLLME desde que afecta mucho la solubilidad y la ionización de los analitos. Muchos analitos pueden existir en forma ionizada y no ionizada según el pH del medio. Dado que la forma no ionizada generalmente es más soluble en disolventes orgánicos, su transferencia a la fase extractante se ve facilitada [34].

II.1.3.2. Cinética de Extracción

En la cinética de extracción la DLLME, el desplazamiento de los analitos desde la fase acuosa a la fase orgánica es un proceso crucial, propulsado por el gradiente de concentración y aclarado por la teoría de difusión de Fick. De acuerdo con la primera ley de Fick, Ecuación (1); el flujo de analitos (cantidad de moléculas que se desplazan por un área en un periodo de tiempo) se basa en la variación de concentración y en la constante de difusión del analito en la fase acuosa; a un gradiente de concentración inicial más elevado, el flujo de analitos hacia la fase orgánica se incrementa [42].

$$J = -D\frac{dC}{dx} \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (1)$$

Donde:
J= flujo de difusión (átomos/cm^2.s)
D= Coeficiente de difusión ($cm^2.s^{-1}$)
C= Concentración (átomos/cm^3)
X= Posición (cm)

En este escenario, la segunda ley de Fick, que explica la variación de la concentración a lo largo del tiempo, cobra relevancia, pues facilita el modelado de cómo el sistema se aproxima al equilibrio Ecuación (2). La rapidez de la transferencia también se basa en la viscosidad del solvente y en la compatibilidad química entre el analito y el cartucho de extracción; en otras palabras, a mayor afinidad intermolecular (fuerzas de Van der Waals o uniones de hidrógeno) entre analito y solvente, la transferencia será más veloz.

$$\frac{dC_x}{dt} = \frac{d}{dx}D\left(\frac{dC_x}{dx}\right) \ldots\ldots\ldots\ldots (2)$$

La difusión, que permite el traslado de analitos, está regulada por la transferencia de masa y las leyes de Fick. En cambio, la convección se basa en la agitación mecánica y en la dispersión del disolvente extractante en la muestra como una fina suspensión de microgotas. La distancia que recorre una molécula de analito durante la extracción (d) en un período de tiempo determinado (t) se relaciona con el coeficiente de difusión (D) a través de la Ecuación (3), conocida como la relación de Einstein-Smoluchowski [42].

$$d = \sqrt{2}Dt \ldots\ldots\ldots\ldots (3)$$

En general, en DLLME no se requiere de distancias mayores que dicho valor, por lo que puede concluirse que el equilibrio en DLLME se alcanza rápidamente

II.1.3.3. Constante de partición (K)

La constante de partición (K), también conocida como coeficiente de partición, define la relación de las concentraciones de un compuesto en dos fases inmiscibles en equilibrio. Un valor alto de *K* indica que el analito tiene una mayor afinidad por la fase orgánica, lo cual es útil para una extracción eficiente. Esta constante de partición depende de varios factores, como la naturaleza química del analito, las características de las fases y la temperatura. En el caso de la microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME), un *K* alto significa que una mayor cantidad de analito se moverá a la fase orgánica, lo que es beneficioso para la extracción. Además, la constante de partición influye en la selectividad del procedimiento, ya que diferentes analitos tienen distintos valores de K. Esto es especialmente relevante para los compuestos orgánicos volátiles. Por lo tanto, si se desea obtener un analito específico, un K alto asegura que ese componente se concentre en la fase orgánica [11,42]. El equilibrio de reparto de los analitos entre dos fases líquidas (la muestra y un disolvente extractante) se representa mediante una isoterma lineal para bajas concentraciones de analito, asumiendo que los analitos no interactúan entre sí.

$$C_{ext} = \frac{KC_{ext}^{0}}{1 + \frac{V_{ext}}{V_s}} \ldots\ldots\ldots (4)$$

donde C_{ext} es la concentración de analito extraído, K es la constante de equilibrio, C_{ext}^{0} es la concentración de analito que queda en la muestra en el equilibrio, y V_{ext} y V_s son los volúmenes de disolvente extractante y de muestra, Ecuación (4) [42].

II.1.3.4. Factores termodinámicos

Los factores termodinámicos juegan un papel crucial en la eficiencia y la espontaneidad del proceso de extracción en la microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME). La energía libre de Gibbs (ΔG) indica la espontaneidad del proceso, donde un valor negativo sugiere que la transferencia de analitos es termodinámicamente favorable. La entalpía (ΔH) representa el calor absorbido o liberado durante la extracción; un proceso exotérmico (-ΔH) favorece la extracción, mientras que un proceso endotérmico (+ΔH) puede requerir un aumento de temperatura. La entropía (ΔS) mide el desorden del sistema, y un aumento en la entropía (+ΔS) generalmente favorece la extracción al indicar una mayor dispersión de los analitos en la fase extractante. La optimización de estos factores mediante la selección adecuada de disolventes y condiciones experimentales, como la temperatura y la proporción de disolventes, es esencial para maximizar la eficiencia de la DLLME [7,40].

II1.3.5. Diagrama de solubilidad

El diagrama de solubilidad de tres fases es una herramienta útil para visualizar la solubilidad de los disolventes dispersantes y extractantes en la DLLME. Este diagrama muestra las regiones de miscibilidad y las proporciones óptimas de los disolventes para formar una emulsión eficiente. En un diagrama ternario, los tres vértices representan los tres componentes (disolvente extractante, disolvente dispersante y fase acuosa), y las regiones dentro del triángulo indican las combinaciones de estos componentes que resultan en una emulsión estable. La comprensión de este diagrama permite optimizar las condiciones de extracción para maximizar la eficiencia y la recuperación de los analitos [8,34].

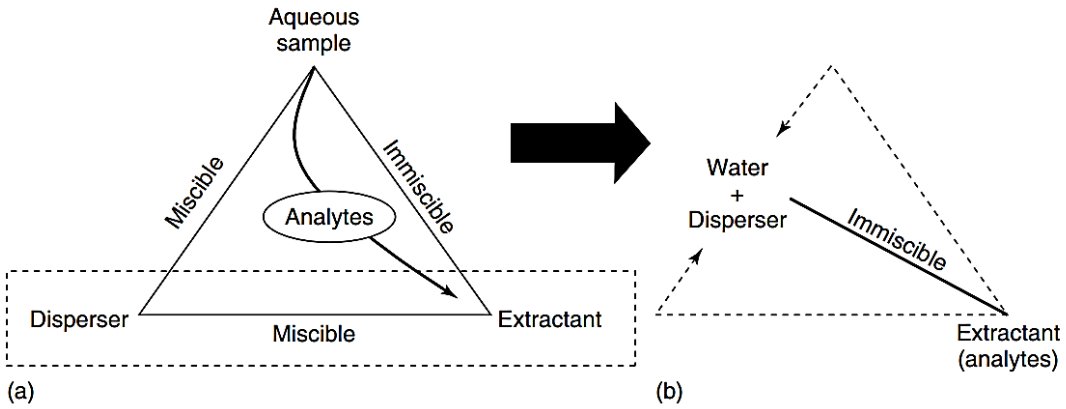


Figura 7. Esquema de las dos etapas del procedimiento operativo de DLLME. En la situación inicial (a) se mezclan los tres disolventes implicados y se forma una solución turbia. Tras la sedimentación (y/o centrifugación), se originan dos fases (b): una es la mezcla agua-dispersante y la otra es el extractante que contiene el analito [44].

II.2. ANTECEDENTES

Se desarrolló un nuevo método de DLLME, mediante el uso de una fase líquida dispersiva usando un disolvente iónico, el cual enriqueció el triclosán y triclocarbán para su determinación por HPLC-ESI-MS. Este método utilizó disolventes dispersantes como metanol, acetonitrilo y acetona, el disolvente extractante iónico fue hexafluorofosfato de 1-hexil-3-metilimidazolio y tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio. Se lograron límites de detección situados en el intervalo de 0.04 a 0.58 µg. L^{-1} lo que revela que el método propuesto tiene una alta sensibilidad en el análisis de reales de agua [45].

Se presentó un procedimiento rápido y novedoso para la determinación de triclosán (TCS) y metiltriclosán (MTCS) en muestras de agua. La microextracción líquido-líquido dispersiva, utilizando una mezcla ternaria que consiste en un dispersor, un extractante y N -metil- N- (terc -butildimetilsilil)trifluoroacetamida (MTBSTFA) como reactivo de derivatización, se utilizó para la derivatización simultánea del triclosán. Los analitos se determinaron mediante cromatografía de gases con espectrometría de masas en tándem (GC-MS/MS) [46].

Se desarrolló un método de cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) para la determinación de triclosán y triclocarbán en productos cosméticos. Con este método se investigaron y analizaron estadísticamente las cantidades de triclosán y triclocarbán en 168 cosméticos. Las condiciones óptimas fueron las siguientes: columna analítica Agilent SB-C8 (250 × 4.6 mm x 5 μm) y una solución tampón mixta de metanol y 0.01 mol. L^{-1} de fosfato (pH 3.0) (72: 28, v/v). La fase móvil se desarrolló de acuerdo a elución isocrática con un flujo total de 1.0 mL. min^{-1}. Se encontró que las curvas de calibración tuvieron una buena regresión lineal con detección UV (280 nm) dentro del rango de prueba de 0 a 110 μg. mL^{-1} con coeficientes de correlación de 0.999 en todos los casos [47].

Un nuevo método de microextracción líquido dispersivo líquido que utiliza cromatografía líquida de alto rendimiento con arreglo de diodos (HPLC-DAD) para determinar aditivos de la industria de plásticos entre ellos el triclosán en muestras de agua de mar. Estos compuestos pueden llegar al agua de mar debido al vertido directo de las plantas de tratamiento de aguas y a la lixiviación de plásticos y microplásticos. Las concentraciones de aditivo se determinaron mediante HPLC-DAD en una columna C18 con una fase móvil de acetonitrilo (ACN) y solución acuosa de ácido fosfórico a una concentración de 10 mg/L (pH = 3.5) mediante elución en gradiente. Las recuperaciones analíticas oscilaron entre 82.0% y 93.0% para todos los compuestos. Los aditivos exhibieron curvas de calibración de matriz lineal ($r^2 > 0.9900$). Los límites de detección oscilaron entre 0.009 y 0.028 mg. L^{-1} y los límites de cuantificación oscilaron entre 0.027 y 0.084 mg. L^{-1}. Finalmente, la aplicación del método a muestras reales verificó que el método es preciso y aplicable al agua de mar [48].

Un enfoque analítico innovador fue implementado en esta investigación la microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) combinada con cromatografía líquida de presión ultra alta (UHPLC) con detección ultravioleta sintonizable (TUV) para la preconcentración y determinación de triclosán (TCS), triclocarbán (TCC) y metiltriclosán (M-TCS) en muestras acuosas. Se uso disolventes dispersantes (acetonitrilo, acetona y metanol) y como extractantes (THF, $C_4H_4Cl_2$, $C_3H_6Cl_2$, $C_4H_6Cl_2$). Se observó linealidad del método en el rango de 0.0500 -100 μg. L^{-1} para TCS, 0.0250 – 50.0 μg. L^{-1}. Se detectó TCS en aguas domésticas con una concentración de 2.08 μg. L^{-1}. Con recuperaciones en muestras de agua de río, agua de riego, agua recuperada y agua doméstica se lograron en el rango de 96.4% a 121.0% [49].

Se empleó una estrategia basada para ello se desarrolló de un método analítico sensible usando cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC), basado en la microextracción líquido-líquido dispersiva asistida por vórtice de un disolvente eutéctico (VA – DLLME) para la determinación de triclosán y triclocarbán en muestras de agua, para ello se sintetizaron seis disolventes eutécticos a los cuales se les determinó sus propiedades fisicoquímicas. Las condiciones óptimas de extracción fueron las siguientes; preparación con metanol y 1-dodecanol (1/1 relación molar) como disolvente de extracción, volumen de disolvente de extracción: 70 μL a pH = 5.0, de la muestra de agua y tiempo de vórtice, 1 minuto. Los factores de enriquecimiento que se usaron para mejorar la eficiencia de la extracción fueron la relación entre la concentración del analito en la fase extractante y su concentración inicial y la elección de los disolventes eutécticos en la muestra acuosa para los analitos variaron de 141 a 148. Mientras tanto, las recuperaciones estuvieron en el rango de 86.0% a 115.0% [50].

En el presente estudio se evaluó la microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) para la extracción de triclosán de aguas naturales. Se logró las siguientes condiciones óptimas: 25 μL de una mezcla de tolueno-cloroformo 1:1 con cloruro de sodio al 10.0 % en 1 mL de soluciones acuosas de triclosán. y tiempo de extracción de 15 min logrando una eficiencia de enriquecimiento mucho mayor a la solución de referencia. Aunque el método GC-FID detectó triclosán en la muestra de aguas naturales, los resultados no fueron confirmados por GC-MS; por lo tanto, no se podía concluir con seguridad si el agua contenía triclosán o no. Sin embargo, los resultados demostraron el potencial de este método en la determinación de triclosán en muestras a base de agua cuando la extracción se acopló a un sistema más efectivo como un GC-MS [51].

Dado el creciente interés en técnicas analíticas sostenibles. Este estudio detalla la microextracción de tres fases dispersivas en líquido-líquido, basada en micelas inversas, para la identificación de marcadores Q de ácidos cinámicos (ácido cafeico, ácido p-hidroxicinámico, ácido ferúlico y ácido cinámico) en la medicina tradicional china, y posteriormente se realiza un análisis mediante cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC). Las variables que afectan el procedimiento fueron optimizadas de manera individual. Se alcanzaron porcentajes de recuperación óptimos para los ácidos cinámicos que aumentaron con en una concentración de 5 a 9 mmol L^{-1} con el tensoactivo. Los

resultados demostraron que el metanol originó porcentajes de recuperación más altos para los analitos que los otros disolventes para ambos métodos. Además, el metanol es menos caro y tóxico. La influencia en el volumen de metanol sobre los porcentajes de recuperación de los analitos se evaluó de 200 a 600 µL de extracción en la fase n-heptanol seguida por el núcleo polar de la fase micelar inversa y la región relativamente hidrofílica presentaron variaciones de 110 a 189, linealidades de 1.2 a 960 ng. mL^{-1} con un r^2 superior a 0.9943, límites de detección de 0.1 a 0.6 ng. mL^{-1}, una precisión excepcional con desviaciones estándar relativas menores al 5.6%, y excelentes recuperaciones relativas del 80.0% al 113.3% [52].

Se implementó un método modificado de microextracción líquido-líquido dispersiva con soporte de fibra hueca (HF-DLLME) para la cuantificación de aflatoxinas y ocratoxina A en muestras alimentarias. Se llevaron a cabo estudios exhaustivos sobre diversos parámetros que influyen en la efectividad de la extracción, tales como el pH, la incorporación de sal, el tiempo de extracción, la intensidad de agitación, la duración de desorción, y el tipo y volumen de los disolventes extractantes y dispersantes, los cuales fueron optimizados mediante estrategias en dos etapas. La linealidad de los resultados fue de 0.1 a 30 µg. L^{-1} para las aflatoxinas y de 0.1 a 20 µg L^{-1} para la ocratoxina A, con coeficientes de regresión (R^2) superiores a 0.9990. La precisión del método se consideró adecuada, con desviaciones estándar relativas inferiores al 11.0%. La exactitud se encontraba dentro del rango recomendado de 70.0% a 120.0%, mientras que la recuperación del analito osciló entre 83.0% y 101.0%. Los límites de detección y cuantificación variaron de 0.04 a 0.06 µg L-1 y de 0.08 a 0.13 µg L-1, respectivamente, para las multiaflatoxinas, y de 0.02 a 0.04 µg L-1 y de 0.08 a 0.10 µg L-1 para la ocratoxina A. El método desarrollado se aplicó con éxito en la determinación de micotoxinas en muestras de alimentos [53].

Con el objetivo de mejorar la eficiencia del procedimiento. Se ha creado un método analítico rápido y ecológico para el análisis simultáneo de diversos productos de cuidado personal (PCP), específicamente almizcles sintéticos (incluyendo almizcles nitro, policíclicos y macrocíclicos) así como el desinfectante triclosán (TCS) y su producto de transformación metil-TCS en muestras de aguas residuales. Este método integra la microextracción líquido-líquido dispersiva con la derivatización acuosa in situ utilizando anhídrido acético (Ac2O) antes de proceder al análisis mediante cromatografía de gases-espectrometría de masas. La validación del método para todos los compuestos analizados

mostró una buena linealidad, con un coeficiente de correlación superior a 0.9947. Los límites de cuantificación (LOQ) variaron entre 2 y 72 ng/L para los almizcles, y entre 28 y 31 ng/L para el TCS y el metil-TCS, respectivamente. La exactitud del método, medida a través del promedio de recuperaciones, osciló entre el 76.0% y el 87.0%, mientras que la precisión, evaluada en términos de repetibilidad intradía (%RSD), fue superior al 13.0% para todos los analitos. La implementación del método en el análisis de 24 muestras de aguas residuales permitió identificar todos los PCP objetivo a concentraciones de hasta 2.7 μg/L, destacando el galaxolide (HHCB) y el tonalide (AHTN) como los más comunes, presentes en el 88.0% y el 46.0% de las muestras, respectivamente [54].

La preparación adecuada de las muestras es fundamental en el análisis instrumental, ya que mejora la selectividad, la sensibilidad y protege los instrumentos. Actualmente, existe una tendencia hacia la miniaturización en la extracción líquido-líquido, con el objetivo de reducir el uso de disolventes y fomentar la sostenibilidad ambiental. La microextracción en fase líquida, que utiliza volúmenes reducidos de extractante, permite la preconcentración de la muestra sin requerir evaporación ni reconstitución. Este estudio describe el desarrollo de un método ecológico de microextracción líquido-líquido dispersivo que utiliza la solidificación de gotas orgánicas flotantes para la cuantificación de cinco fármacos β-bloqueantes en muestras de residuos y ambientales. Se optimizaron variables clave que influyen en la eficiencia de extracción, tales como el tipo y volumen del extractante, el pH del diluyente, la técnica de dispersión, el vórtex y el tiempo de centrifugación. Los resultados óptimos se lograron con 50 μL de dodecanol como extractante, 1 minuto de agitación en vórtex para dispersión y 2 minutos de centrifugación para la separación de fases. Posteriormente, la muestra se enfrió durante 5 minutos en un baño de hielo para solidificar el dodecanol antes del análisis por UHPLC/UV. El método presentó factores de enriquecimiento del tipo y volumen del solvente de extracción, la técnica de dispersión, el pH del diluyente y los tiempos de centrifugación y vórtice. El factor de enriquecimiento (FE) es una medida numérica de cuánto se concentra el analito durante la microextracción. que variaron entre 23 y 55, demostrando su efectividad en el análisis de residuos de laboratorio y agua ambiental, con tasas de recuperación aceptables que fluctuaron entre el 98,1 % y el 101,8 % y un %RSD inferior a 1.96. Además, se analizó el rendimiento y la sostenibilidad del método utilizando ComplexGAPI (Complementary Green Analytical Procedure Index), BAGI (Blue Applicability Grade

Index) y la huella de carbono. Este enfoque no solo ofrece alta eficiencia y fiabilidad, sino que también está en consonancia con los principios de sostenibilidad [55].

En este estudio, se introduce por primera vez una técnica de microextracción líquido-líquido dispersiva que emplea una mezcla ternaria de disolventes. El objetivo es extraer cinco ésteres de ftalato y adipato de di(2-etilhexilo) con diversas polaridades a partir de muestras acuosas. Para ello, se utilizó un método de diseño experimental de centroide simple para determinar la mezcla óptima de disolventes ternarios antes de proceder a la detección mediante cromatografía de gases con ionización de llama. En esta investigación, se inyectó dimetilformamida como disolvente dispersor, que incluye diclorometano, cloroformo y tetracloruro de carbono, formando una mezcla ternaria de disolventes de extracción en la solución de muestra, lo que genera una emulsión turbia. Después de centrifugar, se transfirieron 250 μL de la fase sedimentada a otro tubo, al que se le añadieron 5 μL de DMF. Posteriormente, el tubo se calentó en un baño de agua a 75 °C durante 5 minutos para evaporar la mayor parte de los disolventes de extracción. Finalmente, se inyectaron 2 μL de la fase restante en el sistema de separación. Bajo condiciones óptimas de extracción, el método exhibe amplios rangos lineales y bajos límites de detección y cuantificación, que oscilan entre 0.03 – 0.15 y 0.09 – 0.55 μg L-1, respectivamente. Los factores de enriquecimiento de concentración del analito en el extracto final es 980 a 4500 veces mayor que en la muestra original, debido a los métodos mejorados para la recolección de los agentes extractores después de la separación de fases, basados en las propiedades de los disolventes y las tasas de recuperación de extracción se encuentran en los intervalos de 20.0 -90.0 %, respectivamente. La técnica se aplica con éxito para la determinación de los analitos objetivo en agua mineral, refrescos, zumo de limón, vinagre [56].

Los compuestos carbonílicos, como el glioxal, el metilglioxal, el diacetilo y la pentano-2,3-diona, han sido objeto de extensos estudios. Además de su origen endógeno, estos compuestos también se encuentran en alimentos y están asociados con características sensoriales en productos como el vino y la cerveza. Para su detección, generalmente es necesario derivar los analitos, un proceso que puede ser muy laborioso. El principal objetivo de esta investigación fue desarrollar un método que permita la derivatización y extracciones simultáneas en un tiempo reducido, de solo unos minutos. Se utilizó la 3,4-diaminopiridina como reactivo derivatizante, que produce un producto fluorescente, siendo esta reacción específica para el glioxal. En este nuevo procedimiento de

microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME), se optimizaron diversos parámetros que influyen en la extracción, seleccionándose finalmente una mezcla de butan-1-ol como disolvente dispersante y diclorometano como disolvente extractante. El pico cromatográfico se detectó a los 2.6 minutos. Se realizaron análisis en cuatro vinos y cinco cervezas españolas, encontrándose que los niveles de glioxal oscilan entre 2.8 y 9.5 mg L-1. El método DLLME propuesto reduce significativamente el tiempo de reacción, pasando de 2 o 3 minutos a un tiempo mucho menor, mejorando así los métodos previamente documentados. La concentración de glioxal detectada en los vinos y cervezas analizados no representa un riesgo para la salud [57].

III. HIPOTESIS

Se espera que el método de DLLME optimizado sea efectivo y eficiente debido a que se establecerá una curva de adsorción para el triclosán en medio acuoso, lo que permitirá determinar la cantidad óptima de disolvente dispersante y extractante necesarios para extraer y cuantificar el analito triclosán.

IV. MATERIALES Y MÉTODOS

IV.1. LUGAR Y TIEMPO

Río Trapiche (Chillón) ubicado en el departamento de Lima, en la ciudad de Lima y distrito de Carabayllo, en las siguientes coordenadas 11°43’31.8’’S76°57’46’’W.
Laboratorio 510 del departamento de química analítica e instrumental (Grupo de investigación (QAMALI) por un periodo de 5 meses.

IV.2. DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL EXPERIMENTAL

- Balanza Analítica Nahita blue series 5134IN/ 220g/0.01mg
- Agitador IKA Vortex Modelo Genius 3 Velocidad máxima 2800 rpm.
- Espectrofotómetro UV- VIS de doble haz. Marca Shimadzu. Modelo UV 1700 rango de trabajo de 190 nm a 1100 nm.
- Cromatógrafo líquido de alta performance (HPLC con detector UV-VIS), marca Agilent, modelo 1100A.
- Software UV-PROBE.

IV.3. REACTIVOS

- Acetonitrilo (ACN) grado HPLC pureza <99.9 %
- Metanol (MetOH) grado HPLC, pureza <99.9 %
- Etanol (EtOH) grado HPLC, pureza <99.9 %

- Agua grado HPLC, pureza <99.9 %
- 1-Dodecanol grado analítico, pureza <99.9 %
- Iso-octano grado analítico, pureza <99.9 %
- N- Heptano grado analítico, pureza <99.9 %
- NaOH grado ACS 99.5%

IV.4. EQUIPOS MENORES

- Equipo de centrifuga LMC-4200R velocidad máxima 5000rpm
- Equipo de ultrasonido LMC-4200R frecuencia ultrasónica 43KHZ
- Tubos de centrífuga de polipropileno (PP) de 50 mL
- Tubos de ensayo de borosilicato de 10 mL
- Pipetas de vidrio volumétrica de 0.1 mL,1 mL, 2 mL, 5 mL y 10 mL
- Pipeta de vidrio graduada de 0.1 mL,1 mL, 2 mL, 5 mL y 10 mL
- Micropipetas de 10 µL a 1000 µL
- Filtros Chromafil PET-20/15 MS
- Viales de vidrio de 2 mL para cromatografía líquida

IV.2.1. DISEÑO EXPERIMENTAL

IV.2.1.1 Barrido espectral del analito triclosán entre 220- 400 nm.

Se pesó 0.0104 g del estándar de triclosán en una balanza analítica y se solubilizó en agua destilada hasta un volumen final de 100 mL obteniendo una concentración final de 104 mg/L. A partir de ahí se tomó una alícuota de 4.8 mL con una micropipeta y se aforó a un volumen final de 50 mL resultando una dilución a 10 mg/L (Blanco fortificado de laboratorio, BFL1).

De la solución BFL1 se tomó una alícuota de 5 mL y se colocó en un tubo cónico de 50 mL, en el mismo tubo cónico se agregó 5 mL de metanol grado HPLC con una pipeta volumétrica, seguidamente se añadió 3 mL de 1-dodecanol p.a. y se agitó brevemente, luego se llevó a una plancha de agitación a 800 rpm por 10 min.

En un segundo tubo cónico de 50 mL se agregó una alícuota de 8 mL de la solución BFL1, se agregó 6 mL de metanol grado HPLC, finalmente se añadió 4 mL de 1-dodecanol y se llevó al agitador vortex a las mismas condiciones que el primer tubo cónico, se observó la formación de 2 fases (Véanse las figuras 8 y 9). Estos primeros ensayos son los preliminares de la técnica microextracción líquido-líquido dispersiva.

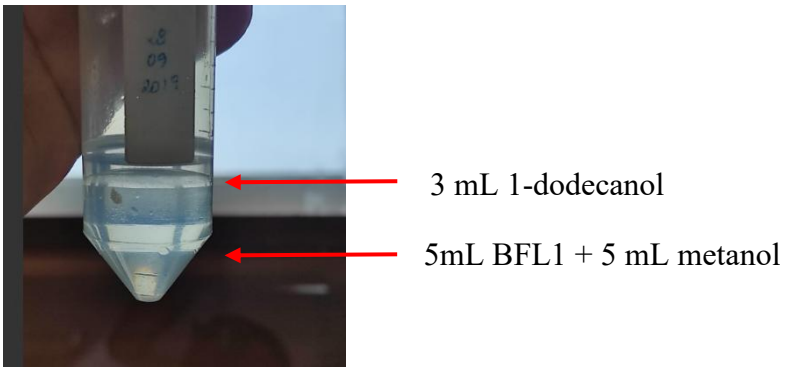


Figura 8. Formación de fases producto de la mezcla de blanco fortificado 10 mg/l con 3 mL 1-dodecanol p.a. y 5 mL metanol HPLC.

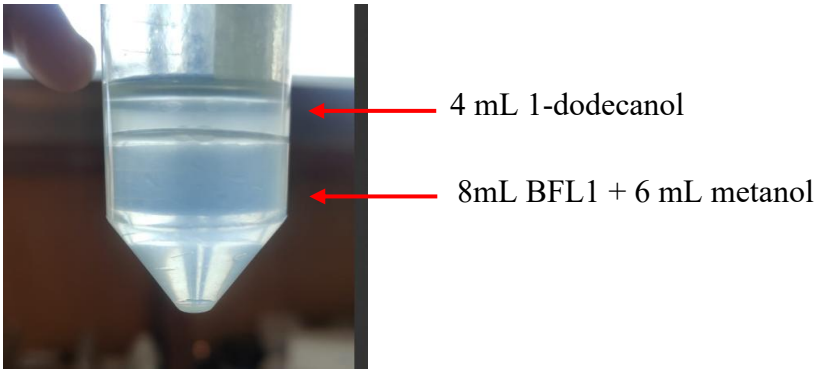


Figura 9. Formación de fases producto de la mezcla de blanco fortificado 10 mg/l con 4 mL 1-dodecanol p.a. y 6 mL metanol HPLC.

La segunda solución BFL2 presentó una menor turbidez, por tanto, se tomó una alícuota de 2 mL, luego se filtró con un filtro de jeringa Acrodisc con membrana wwPTFE – 0.45 µm, 25 mm y se realizó el barrido espectral en el rango de 190 a 350nm en el espectrofotómetro UV-1700 Shimadzu, para ello se utilizó como blanco el 1-dodecanol.

IV.2.2. Optimización del solvente dispersor y extractor.

Se continuo con la determinación de TCS en muestra de agua, para eso se pesó 0.0254 g del analito y se enrasó con agua destilada en una fiola de 100 mL obteniendo una concentración de 254 mg/L y se reservó. A partir de BFL-2 se preparó una dilución tomando una alícuota de 5.90 mL, enrasando con agua destilada en una fiola de 50mL (Blanco fortificado, BFL2) Se obtuvo una dilución a 30 mg/L en una fiola de 50 mL.

De la solución BFL2 se tomó una alícuota de 5 mL con la ayuda de una pipeta volumétrica y se vertió en un tubo cónico de 50 mL, luego se añadió 5 mL de metanol grado HPLC se agitó brevemente y se le agregó 3 mL de 1-dodecanol p.a. y se llevó a una plancha de agitación a 800 rpm por 10 min.

En segundo tubo cónico se añadió 10 mL de la solución BFL2 y se añadió 6 mL de metanol, se agitó brevemente y se agregó 2 mL de 1-dodecanol y llevándose a una plancha de agitación a las condiciones anteriores, se observó la separación de fases (Véanse las figuras10, 11 y tabla N°1).

Tabla N°1: Variación de volúmenes del disolvente metanol para la microextracción líquido-líquido dispersiva.

		Metanol	1-dodecanol
Código de muestra	**Volumen de muestra (mL)**	**Volumen Dispersante (mL)**	**Volumen Extractante (mL)**
Met-1	10	5	3
Met-2	5	6	2

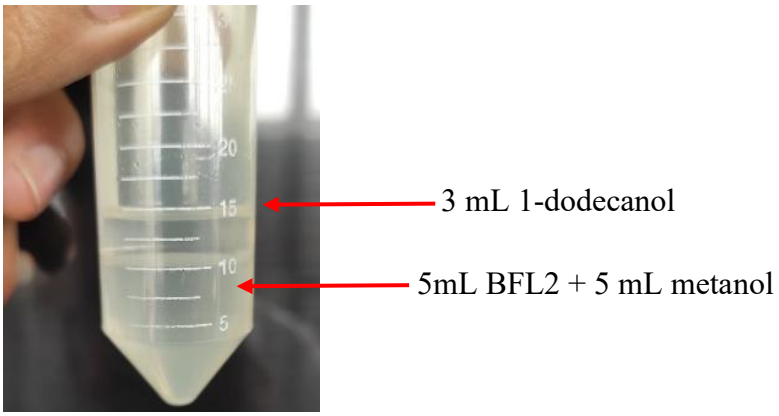


Figura 10: Formación de fases producto de la mezcla de blanco fortificado 27 mg/L con 3 mL 1-dodecanol y 5 mL metanol HPLC.

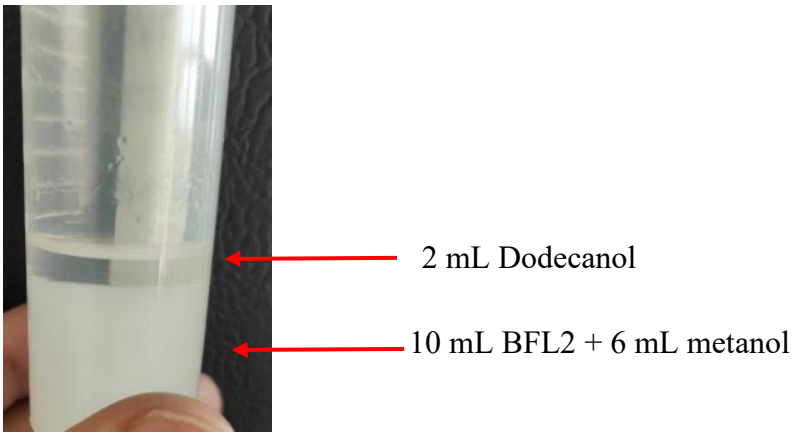


Figura 11: Formación de fases producto de la mezcla de blanco fortificado 27 mg/L con 2 mL 1-dodecanol y 6 mL metanol HPLC.

Se usó otro disolvente dispersante que cumpla con los requisitos de tener una polaridad miscible con la muestra (agua), y con el analito una polaridad parcialmente miscible y siguiendo los parámetros de la química verde, se escogió trabajar con metanol, acetona y acetonitrilo. Siendo la acetona un reactivo controlado se cambió por etanol, ya que también tiene propiedades afines al analito y la muestra.

Se inició la preparación de la muestra fortificada (MFL 1) con TCS, para ello se pesó 0.0504 g de TCS y se disolvió en 20 mL de solución de hidróxido de sodio 0.100 N y se llevó a un volumen final de 500 mL para obtener una concentración de 100.8 mg/L. Luego se tomó una alícuota de 24. 80 mL y se llevó a fiola de 250 mL para obtener una concentración final de 10 mg/L (Muestra fortificada de laboratorio MFL1). Se prepararon 8 muestras diferentes para ello se tomó una alícuota de 10 mL de la muestra fortificada MFL1 a cada tubo y se mezcló con 3, 4, 5 y 6 mL del solvente dispersante etanol p.a. y 3, 4, 5 y 6 mL del solvente dispersante acetonitrilo de grado HPLC, se mantuvo un volumen constante de 2 mL para el solvente extractante (1-dodecanol p.a.) (Véanse figura 11, 12, tabla N°2 y 3).

Tabla N°2: Variación de volúmenes del disolvente Etanol para la microextracción líquido-líquido dispersiva.

		Etanol	**1-dodecanol**
Código de muestra	**Volumen de muestra (mL)**	**Volumen Dispersante (mL)**	**Volumen Extractante (mL)**
MFL-Et-1	10	3	2
MFL-Et-2	10	4	2
MFL-Et-3	10	5	2
MFL-Et-4	10	6	2

Tabla N°3: Variación de volúmenes del disolvente Acetonitrilo para la microextracción líquido-líquido dispersiva.

		Acetonitrilo	1-dodecanol
Código de muestra	**Volumen de muestra (mL)**	**Volumen Dispersante (mL)**	**Volumen Extractante (mL)**
MFL-ACN-1	10	3	2
MFL-ACN-2	10	4	2
MFL-ACN-3	10	5	2
MFL-ACN-4	10	6	2

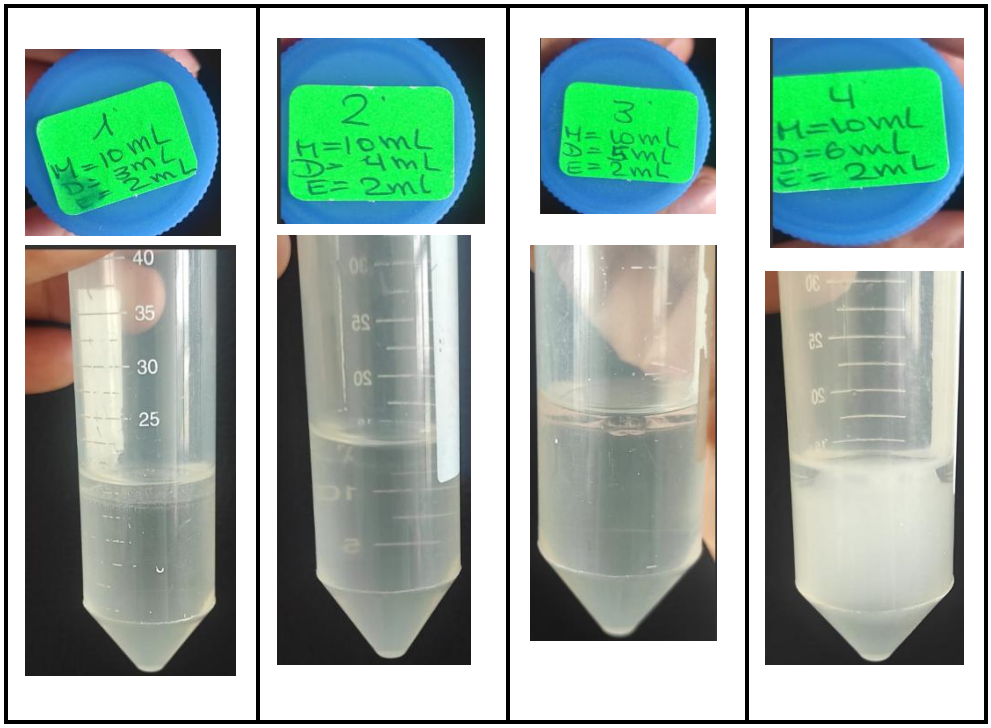


Figura 12: Muestras preparadas usando como disolvente dispersor Etanol.

IV.2.3. Análisis de triclosán por HPLC

Se pesó 25 mg de TCS y se disolvió en metanol grado HPLC en una fiola aforada de 25 mL, obteniéndose la solución stock de 1000 mg/L (25 mg/0.025 L); a partir de esta, se preparó una solución intermedia de 100 mg/L al tomar una alícuota de 2.50 mL de la stock y llevarla a volumen en una fiola de 25 mL con metanol HPLC; finalmente, desde la intermedia se preparó las soluciones de trabajo de 10, 30 y 50 mg/L en fiolas de 25 mL, tomando alícuotas de 2.50 mL, 7.50 mL y 12.50 mL, respectivamente, y completando el volumen con metanol grado HPLC para construir la curva de calibración de TCS, los cuales se mantuvieron en refrigeración a una temperatura de 3°C (Figura 13). El análisis por el cromatógrafo líquido de alto rendimiento (HPLC) de la marca Agilent series 1100 con detector UV, bomba cuaternaria de tipo gradiente y una columna cromatográfica Eclipse XDB-C18, de 5µ y 4.6mm de diámetro interno y 150 mm de longitud y con un software de adquisición de datos Chemstation. Las muestras fueron analizadas con las siguientes condiciones cromatográficas: fase móvil compuesta por 85.0% metanol HPLC y 15.0 % de agua de grado HPLC con un flujo de 1.000 mL/min, un volumen de inyección de 20 µL y un tiempo de análisis de 10 minutos (Véase Figura 14).



Figura 13: Refrigeración de soluciones de trabajo a una temperatura de 3°C

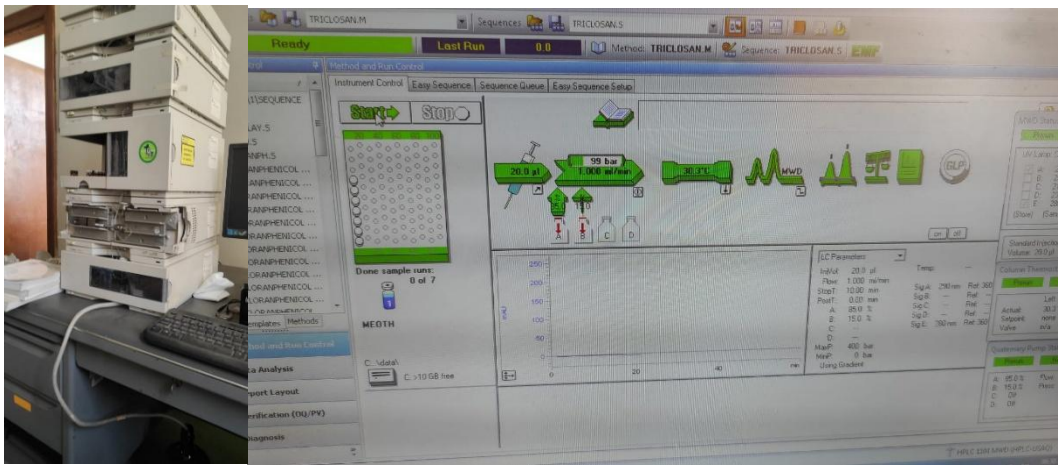


Figura 14: Parámetros establecidos en el equipo HPLC Agilent serie 1100 A, usando el software Chemstation

IV.2.4. Aplicación del método optimizado en muestras reales

La colecta y aplicación del método optimizado se desarrolló tomando 1L de muestra superficial del Río Trapiche (Chillón) ubicado en el departamento de Lima, en la ciudad de Lima y distrito de Carabayllo, en las siguientes coordenadas 11°43’31.8’’S76°57’46’’W. (Véase Figura 15). Se preparó una muestra de agua superficial enriquecida, para ello se pesó 0.004 g de TCS, se diluyó y enrazó con la muestra colectada hasta un volumen de 500 mL.



Figura 15: Recolección de muestra de agua del Río Trapiche (Chillón) ubicado en el departamento de Lima, en la ciudad de Lima y distrito de Carabayllo, en las siguientes coordenadas 11°43’31.8’’S76°57’46’’W.

Aplicación de microextracción líquido-líquido dispersiva: De la solución anterior se tomó una alícuota de 5 mL y se trasvasó a un vial cónico de 15 mL, se añadió 3 mL de metanol de grado HPLC y se agitó en un vortex de la marca IKA Vortex Genius 3 (imagen vortex) a 3000 rpm por 1 minuto, inmediatamente con la ayuda de una micropipeta se inyectó 1.5 mL de 1-dodecanol p.a. y se volvió agitar en el equipo vortex por un minuto a 3000 rpm, se observó una perfecta separación de 2 fases.
Se repitió la microextracción descrita del párrafo anterior reemplazando los solventes dispersantes: etanol p.a. y acetonitrilo grado HPLC utilizando los mismos volúmenes, manteniendo el disolvente extractante 1-dodecanol p.a. (Véase Tablas 4).

Aplicación de microextracción líquido-líquido dispersiva: De la solución de 100 mg/L de TCS, en metanol, se tomó una alícuota de 5 mL y se trasvasó a un vial cónico de 15 mL, se agregó 3 mL de metanol y se agitó en el equipo vortex a 3000 rpm por 1 minuto. Seguidamente se añadió con una micropipeta 1.5 mL de Iso-octano grado p.a. y se observó una pequeña emulsión es por ello por lo que se llevó a un baño de ultrasonido L&R por 15 minutos a 43 kHz, para desaparecer la emulsión y favorecer la separación de las fases, pero esto no ocurrió. (Véase Fig. 16)
Se repitió la microextracción descrita del párrafo anterior reemplazando los solventes dispersantes: etanol p.a. y acetonitrilo grado HPLC utilizando los mismos volúmenes, manteniendo el disolvente extractante Iso-octano (Véase Tablas 5).



Figura 16: Agitación mediante un equipo Vortex Ika-Genius y un baño ultrasonido para mejorar la separación de fases.

Tabla N°4: Volúmenes optimizados para la microextracción líquido-líquido dispersiva aplicado a muestra de agua superficial, usando como disolvente extractante 1-Dodecanol.

Código de muestra	Volumen de muestra (mL)	Disolvente dispersante	Disolvente extractante	Volumen Extractante (mL)	Volumen Dispersante (mL)
Met-1	5	Metanol	1-dodecanol	3	1.5
Et-1	5	Etanol	1-dodecanol	3	1.5
ACN-1	5	Acetonitrilo	1-dodecanol	3	1.5

Tabla N°5: Volúmenes optimizados para la microextracción liquido dispersivo liquido aplicado a muestras superficiales, usando como disolvente extractante Iso-octano.

Código de muestra	Volumen de muestra (mL)	Disolvente dispersante	Disolvente extractante	Volumen Extractante (mL)	Volumen Dispersante (mL)
Met-1	5	Metanol	Iso-octano	3	1.5
Et-1	5	Etanol	Iso-octano	3	1.5
ACN-1	5	Acetonitrilo	Iso-octano	3	1.5

Para el análisis de las muestras superficiales se pesó 25,0 mg de TCS y se enrasó con metanol grado HPLC en una fiola aforada de 25 mL para obtener la solución stock (1000 mg/L); a partir de esta se preparó una solución intermedia de 100 mg/L transfiriendo 2.50 mL a una fiola de 25 mL y completando a volumen; desde la intermedia se obtuvo las soluciones de trabajo de 1.0; 5.0; 10.0; 250 y 50.0 mg/L en fiolas de 10 mL, transfiriendo 0.10; 0.50; 1.00; 2.50 y 5.00 mL, respectivamente, y enrasando con metanol grado HPLC.

Tabla N°6: Curva de calibración por el método de estándar externo de triclosán

.

Peso de TCS en mg	**Volumen de MetOH en L)**	**Concentración mg/L**	**Patrón**	**Concentración mg/L**	**Alícuota (mL)**
25.0	0.025	52	P-1	1.0	0.10
			P-2	5.0	0.50
			P-3	10.0	1.00
			P-4	25.0	2.50
			P-5	50.0	5.0

V. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

V.1.1. Elección del Disolvente dispersante y extractante

La naturaleza del disolvente dispersor debe presentar ciertas características como poseer una miscibilidad tanto con el disolvente extractor y la fase acuosa (muestra); por lo tanto, es esencial tener en cuenta estas características al momento de seleccionar el disolvente dispersor, siendo los más utilizados: metanol, acetonitrilo, acetona y etanol [8]. Para las primeras pruebas se decidió utilizar como disolvente dispersante al metanol, debido a su miscibilidad con la fase acuosa y el triclosán; ya que, es parcialmente soluble en este solvente y ayuda a formar la emulsión de agente extractante [40]. La elección del solvente extractante debe tener en cuenta su capacidad para formar una solución turbia estable, tener una densidad diferente a la del agua, ser insoluble en ella, poseer buen comportamiento cromatográfico y buena capacidad de extracción. Los más utilizados son el clorobenceno, tricloroetano, tetracloruro de carbono, disulfuro de carbono y cloroformo [58]. Sin embargo, para el desarrollo de este trabajo se optó por seguir los principios de la química verde, es decir, fueron seleccionados disolventes que no presenten un alto grado de toxicidad o sean dañinos para la salud; aquellos que cumplen esta características son los alcoholes de cadena larga como son: 1-octanol, nonanol, decanol, undecanol, 1-dodecanol [59]. Conociendo los requisitos para escoger el disolvente extractante, fue seleccionado el 1-dodecanol, puesto que, al ser un alcohol de cadena larga, posee una densidad diferente a la del agua con un valor de 0.8309 g/cm^3 haciéndolo insoluble en agua, asimismo se encontró disponible en el laboratorio de instrumentación. Además, es parcialmente soluble en metanol, por su grupo hidroxilo, lo cual favorecerá la formación de una solución turbia estable [60]. En la variación de los disolventes dispersantes se usó el etanol y acetonitrilo debido a que ambos son solventes orgánicos polares para el caso del alcohol debido a la presencia del grupo funcional hidroxilo (-OH) en su estructura. Este grupo funcional otorga a la molécula del etanol cierta capacidad para formar enlaces de hidrógeno y establecer interacciones dipolo-dipolo con otras moléculas polares [60]. El acetonitrilo es un solvente orgánico polar con una constante dieléctrica relativamente alta, lo que indica una fuerte capacidad para disolver sustancias polares y iónicas. Posee un dipolo debido a la diferencia de electronegatividad entre el átomo de carbono y el nitrógeno, lo que le confiere propiedades similares a las del agua. El triclosán, por su parte, también tiene una

naturaleza polar debido a la presencia de varios grupos funcionales, incluido un grupo fenol (-OH) y un grupo éter (-O-) en su estructura. Estos grupos funcionales pueden interactuar con el etanol y el acetonitrilo a través de enlaces de hidrógeno y fuerzas dipolo-dipolo, lo que permite la solubilidad del triclosán en etanol [29,61].

Para obtener la longitud de onda máxima en la región UV de la molécula de triclosán por UV, se trabajó con un espectrofotómetro modelo UV-1700, marca Shimadzu, se programó para el barrido la longitud de onda entre 220 – 400 nm, para ello se pareparó un blanco de 1-dodecanol y metanol (1:1) ya que según [Shaikh 2016], detectó a TCS y al 2,4-diclorofenol (2,4 DCP), a una absorbancia máxima en la longitud de 280 – 287 nm, pero también se han hallado experiencias donde usan un rango de 235nm a 280nm para la determinación de triclosán en alimentos y en productos cosméticos [47,59,62].

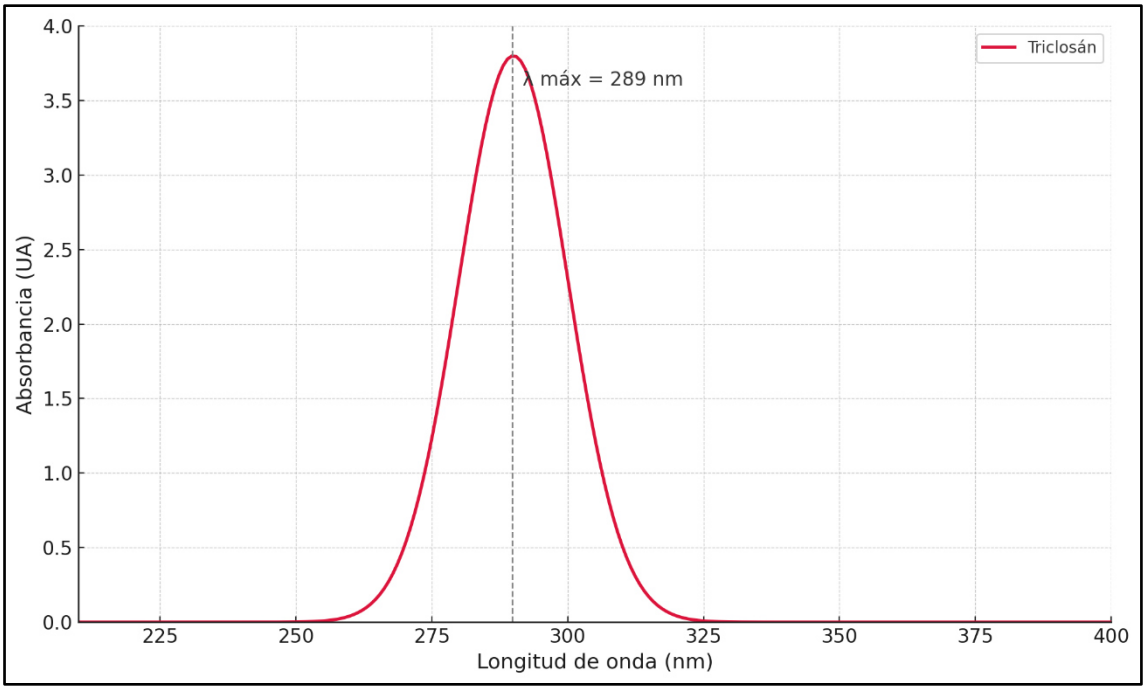


Figura 17: Barrido espectral UV de triclosán analizado en el espectrofotómetro UV-1700 Shimadzu. Longitud de onda máxima experimental a 289 nm.

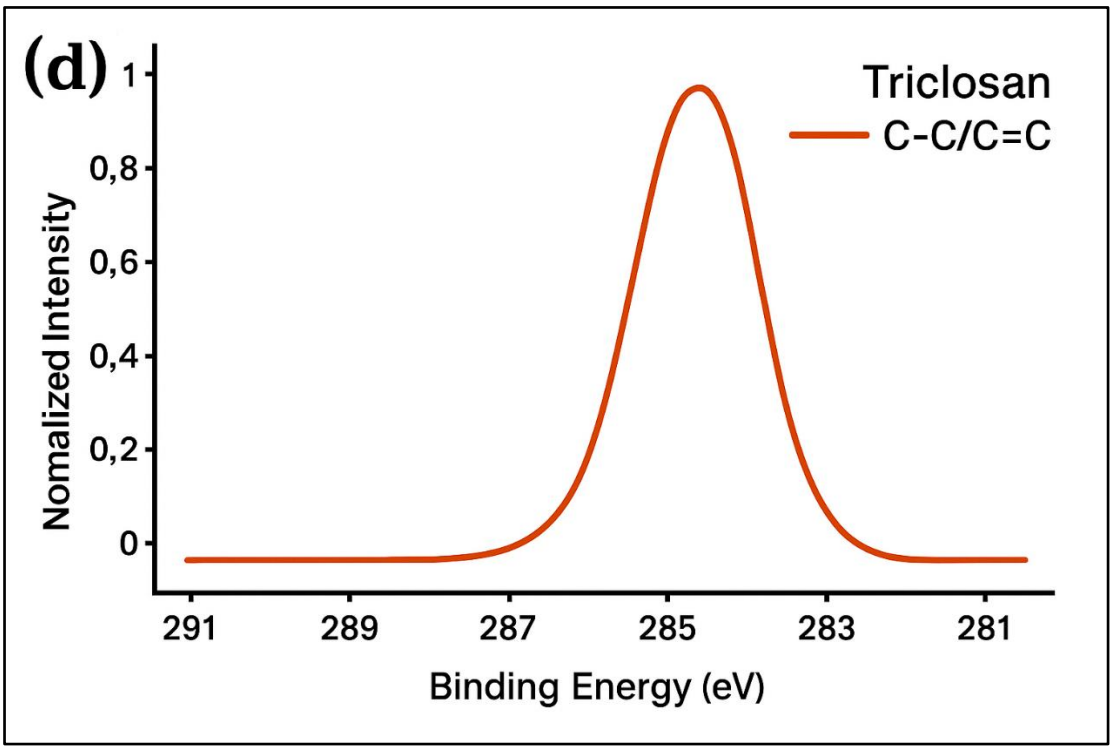


Figura 18: Espectro UV de triclosán analizado tomado de Nabil Shaikh, Saru Taujale, Huichun Zhang, Kateryna Artyushkova, Abdul-Mehdi S. Ali, and Jose M Cerrato Environ. Sci. Technol., Just Accepted Manuscript • DOI: 10.1021/acs.est.6b02673 • Publication Date (Web): 26 Sep 2016 Downloaded from http://pubs.acs.org on September 30, 2016.

La Figura 17 confirma la presencia del triclosan en la muestra 2, y que se confirma que la técnica de microextracción líquido-líquido dispersiva fue exitosa, y los disolventes dispersantes y extractantes fueron los correctos, y el volumen usado también fue el adecuado, también se comparó con la Figura 18 podemos observar que la línea naranja es muy similar con la obtenida, se observa la presencia de los enlaces C-C, C=C, C=O y C-OH, que están presentes en el triclosán [62].

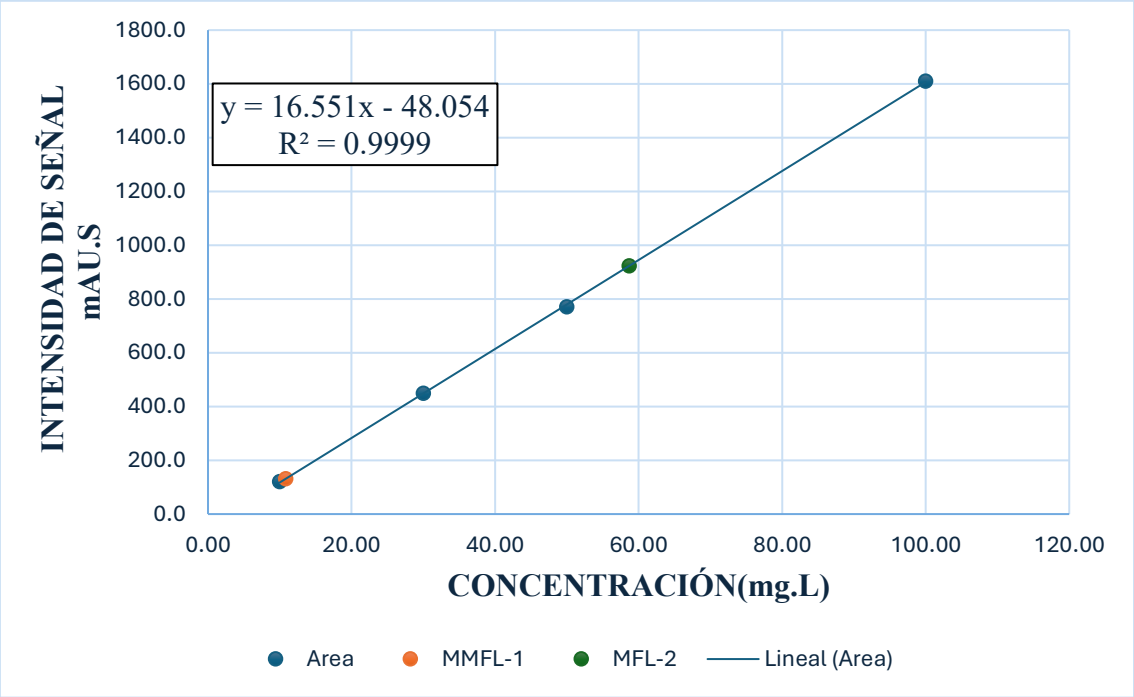
Para el análisis de TCS disuelto en metanol, se observó que la disolución fue instantánea, comprobando que el metanol era un buen disolvente dispersante, para la lectura en el equipo HPLC AGILENT 1100A, se preparó soluciones stock de 10 mg/L, 30 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L y las 2 muestras, se añadieron a viales cromatográficos de color ámbar con un volumen máximo de 2 mL. Se inició el método programado con los parámetros más aptos de acuerdo [5,59,63]. Se obtuvo los siguientes cromatogramas (Véase los anexo).

Con los resultados obtenidos por el equipo se integró cada cromatograma de las soluciones stock con el software Chemstation para limitar el área específica y así obtener

la curva de calibración de la solución trabajo, para así tener un rango delimitado donde se podrían encontrarse nuestras muestras problemas. (Ver Tabla N°7 y Gráfica 1)

Tabla N°7: Datos de concentraciones de la curva de calibración y muestras fortificadas (M1) y (M2) obtenidos a partir de la integración de sus respectivos cromatogramas.

	Concentración (mg/mL)	Intensidad de señal (mAU.S)
	10.00	121.6
	30.00	449.4
	50.00	770.7
	100.00	1610.7
MFL-1	10.8	131.6
MFL-2	58.6	923.2



Gráfica N°1: Curva de calibración por el método de estándar externo de triclosán utilizando como blanco metanol

Con la Gráfica N°1, se identificó que las concentraciones de las muestras problemas están dentro del rango de la curva de calibración, lo cual nos afirmó que la técnica de microextracción fue efectiva para una muestra de agua contaminada con TCS y que los volúmenes de los solventes dispersante y extractante son los óptimos.

Se encontró en la muestra 1 una concentración de 10,8 mg/L para un volumen de 5 mL de agua contaminada, la cual contenía 1.350 mg de TCS disuelto, obteniéndose un porcentaje de recuperación del 24.1% con 3 mL de solvente extractante. No obstante, al trabajar con 2 mL de 1-dodecanol para una muestra de agua de 10 mL, en la segunda muestra, se obtuvo una concentración de 58.6 mg/L, brindando un porcentaje de recuperación del 43.5%. Por lo tanto, se puede inferir que a mayor volumen de muestra problema, la concentración aumenta de manera directamente proporcional y a su vez tiene un comportamiento inverso con relación al volumen del disolvente extractante; siendo así, considerados como factores importantes dentro del estudio realizado[18].

Se realizó la variación los volúmenes de disolventes dispersantes (Etanol y acetonitrilo) en forma ascendente para comprobar la relación directamente con la concentración que se pueda hallar en el disolvente extractor(1-dodecanol). También se procedió a calcular la concentración teórica de triclosán presente en 10 mL de muestra de agua. (Tabla N°8, 9 y 10)

Tabla N°8: Variación de volúmenes de los disolventes dispersantes para la Microextracción líquido dispersivo – líquido, usando como dispersante Etanol.

		Etanol	**1-dodecanol**
Muestra	**Volumen de muestra (mL)**	**Volumen Dispersante (mL)**	**Volumen Extractante (mL)**
MFL-ET-1	10	3	2
MFL-ET-2	10	4	2
MFL-ET-3	10	5	2
MFL-ET-4	10	6	2

Tabla N°9: Variación de volúmenes de los disolventes dispersantes para la Microextracción líquido dispersivo – líquido, usando como dispersante Acetonitrilo.

		Acetonitrilo	**1-dodecanol**
Muestra	**Volumen de muestra (mL)**	**Volumen Dispersante (mL)**	**Volumen Extractante (mL)**
MFL-ACN-1	10	3	2
MFL-ACN-2	10	4	2
MFL-ACN-3	10	5	2
MFL-ACN-4	10	6	2

En la preparación de la muestra de 100 mg/L, se observó que habían unas pequeñas trazas blanquecina, demostrando que el analito TCS no estaba totalmente solubilizado es por ello que se preparó una solución de 0.100 N aproximadamente, de NaOH , de acuerdo con [Netzahuatl-Muñoz 2020] la solubilidad del triclosán en hidróxido de sodio puede depender de la concentración y la temperatura de la solución, así como de otros factores como el pH. Es por que se agregó 20 mL de NaOH 0.1 N para logar disolver en su totalidad el analito y se observó que después de agitación constante este si logro solubilizar. Para la muestra de concentración de 10 mg/L para la cual se calculó una masa teórica de 25.30 mg del analito en la muestra de agua y en la alícuota tomada para la microextración hay 0.1012 mg de triclosán aproximadamente. (Véase Tabla N°10 y 11). Para está muestra se midió el pH con OEM papel tornasol y dio como resultado que tenía un pH de 6.0 aproximadamente. De acuerdo con [Zheng 2011] la razón principal es que al cambiar el pH de las soluciones se produce la protonación o desprotonación de TCS. [Zhao 2010] comprobó que a un pH de 6.0 se obtuvo un mayor rendimiento para el análisis de TCS por HPLC.

Tabla N°10: Variación de volúmenes del disolvente dispersante Etanol y la masa teórica para una alícuota de 10 mL de muestra de agua.

		Etanol	1-dodecanol		
Código de Muestra	**Volumen de muestra (mL)**	**Volumen Dispersante (mL)**	**Volumen Extractante (mL)**	**masa teórica en la muestra (mg)**	**Concentración en mg/L teórica**
MFL-ET-1	10	3	2	0.1012	50.60
MFL-ET-2	10	4	2	0.1012	50.60
MFL-ET-3	10	5	2	0.1012	50.60
MFL-ET-4	10	6	2	0.1012	50.60

Tabla N°11: Variación de volúmenes del disolvente dispersante Acetonitrilo y la masa teórica para una alícuota de 10 mL de muestra de agua.

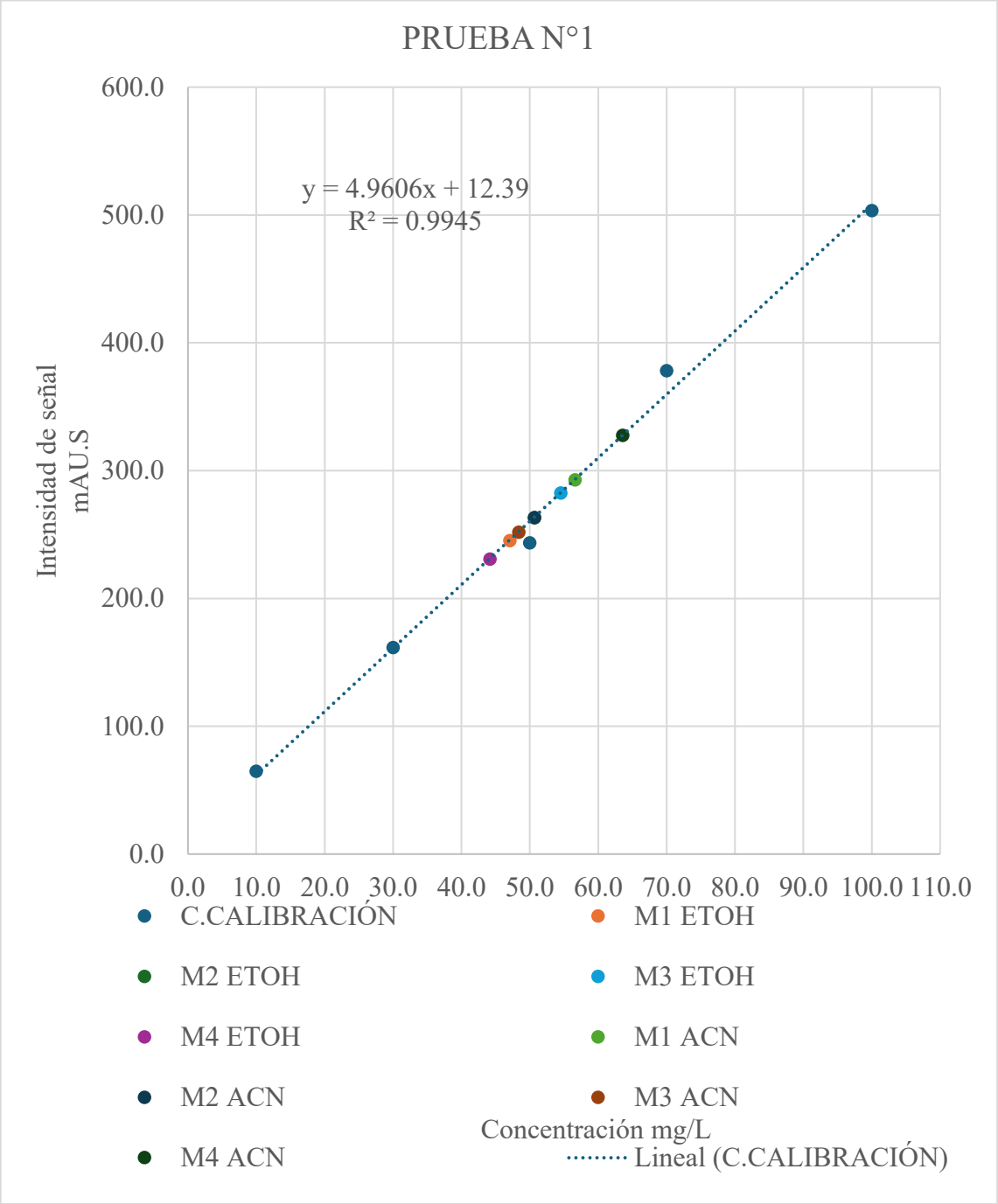
		Acetonitrilo	1-dodecanol		
Código de Muestra	**Volumen de muestra (mL)**	**Volumen Dispersante (mL)**	**Volumen Extractante (mL)**	**masa teórica en la muestra (mg)**	**Concentración en mg/L teórica**
MFL-ACN-1	10	3	2	0.1012	50.60
MFL-ACN-2	10	4	2	0.1012	50.60
MFL-ACN-3	10	5	2	0.1012	50.60
MFL-ACN-4	10	6	2	0.1012	50.60

V.1.2. Análisis de Triclosán (TCS) por HPLC-UV

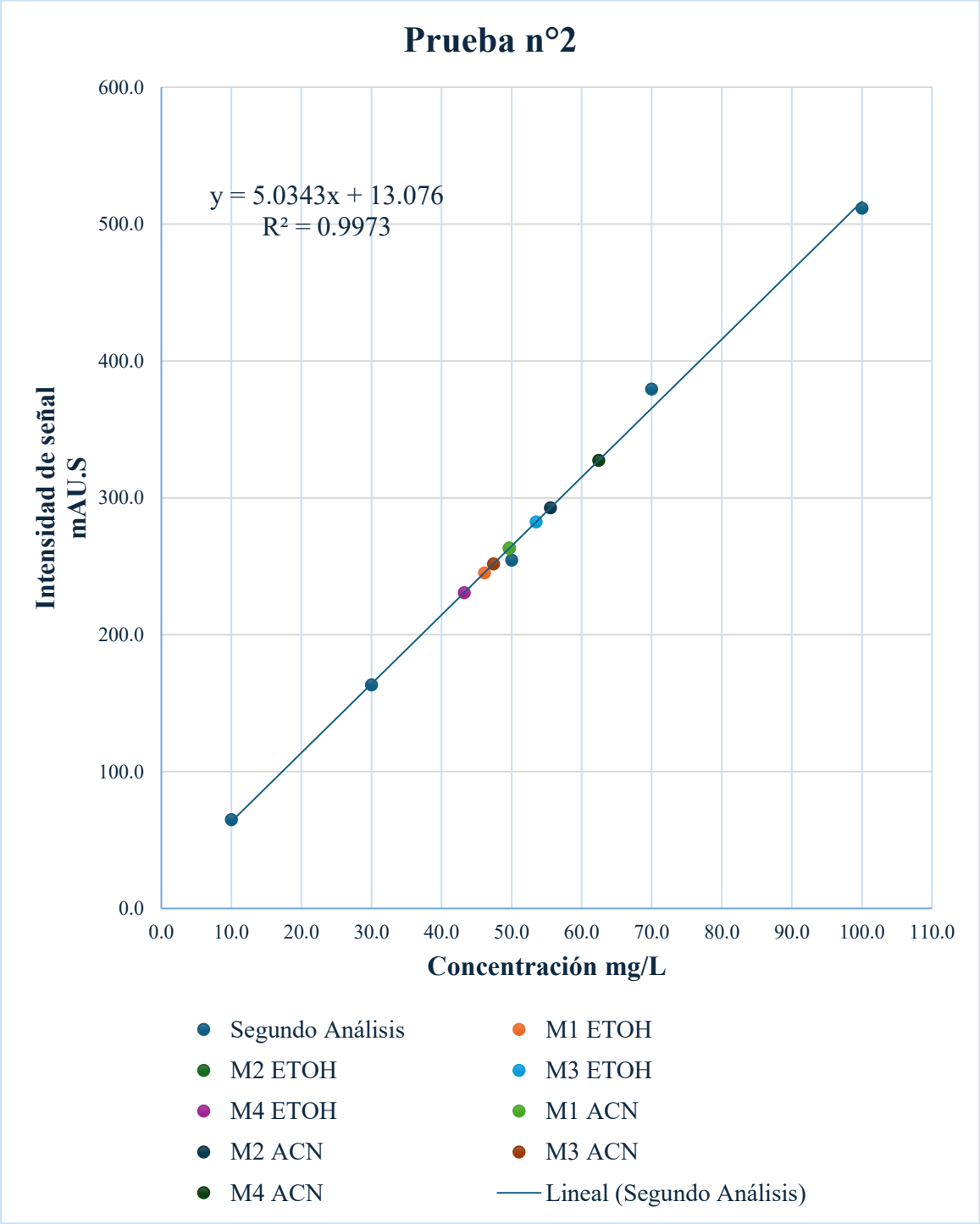
Teniendo los cromatogramas de las soluciones stock (Véase los anexos). Se construyó la curva de calibración para las soluciones trabajo (Grafica N°3). Con ella se pudo obtener la ecuación de la gráfica y el r^2= 0.9973 y así poder calcular la concentración experimental presente en cada muestra y así obtener el % de recuperación del analito, estos datos se encuentran en la Tabla N°8 y 9. Se Observó que para la muestra ET-4 y todas las muestras donde se usó Acetonitrilo de grado HPlC como agente dispersante, se obtuvo una lectura inadecuada de las muestras, esto se debió a la variación de factores experimentales, como la temperatura ambiente, la presión, el estado de la columna y el estado del detector, lo que puede influir en el tiempo de retención.[65] Es importante mantener las condiciones experimentales constantes para obtener resultados consistentes y reproducibles. Se realizó la limpieza de la columna mediante una purga por un tiempo de 5 minutos con un caudal de 3.000 mL/min. Después se observó que los parámetros de presión y temperatura fueran los adecuados, para el caso de la presión no debe ser menor a 115 bar y la temperatura se de estar de acuerdo al ambiente, se realizó el análisis de las muestras faltantes y se detectó que el tiempo de retención vario, para dichas muestras se obtuvo un tiempo de retención promedio de 3.674 min y en la muestra ACN-4 se identificó que el tiempo de retención fue de 3.809 min, acercándose al tiempo de la muestra stock 1, esto nos indicó que una de las causa de la variación de este parámetro para las muestras que el estado de la columna no era el adecuado, o quizás necesitaba un tiempo más prolongado al momento de la purga y estabilización de 15 a 20 min. Se comparó con los estándares de trabajo los cuales tienen un tiempo de retención 4.5658 min en promedio, estás ultimas muestras están lejos de este parámetro en que se identifica el Triclosán. Para confirmar lo establecido se volvió a analizar en el HPLC las soluciones stock a las mismas condiciones y se obtuvo un tiempo de retención promedio de 4.3788 min, lo cual nos indicó que las muestras no tienen el mismo tiempo de retención que los estándares de trabajo. (Tablas N°12 y 13)

Tabla N°12: Datos extraídos de los cromatogramas de las soluciones stock para la creación de la curva de calibración.

Patrón	Concentración mg/L	Intensidad de señal mAU.S	T. Retención (min)1°	Intensidad de señal mAU.S	T. Retención (min)2°
1	10.0	64.9	4.531	64.9	4.316
2	30.0	161.6	4.554	163.5	4.356
3	50.0	243.5	4.501	254.5	4.454
4	70.0	378.2	4.618	379.6	4.404
5	100	503.5	4.625	511.8	4.364



Grafica N°2: Primera curva de calibración de las soluciones stock y las muestras problemas.



Grafica N°3: Segunda Curva de calibración de las soluciones stock y las muestras problemas.

Tabla N°13: Datos extraídos de los cromatogramas de las soluciones stock para la creación de la curva de calibración con el disolvente dispersante Etanol.

Etanol		
Muestra	**Intensidad de señal mAU.S**	**T. Retención (min)**
Et-1	245.3	4.23
Et-2	263.2	4.383
Et-3	282.4	4.495
Et-4	230.7	3.494

Tabla N°14: Datos extraídos de los cromatogramas de las soluciones stock para la creación de la curva de calibración con el disolvente dispersante Acetonitrilo

Acetonitrilo		
Muestra	**Intensidad de señal mAU.S**	**T. Retención (min)**
ACN-1	263.3	3.42
ACN-2	292.8	3.565
ACN-3	251.8	3.561
ACN-4	327.5	3.809

Con los cromatogramas de las muestras problema, se integró el área y se procedió a calcular la concentración obtenida para cada muestra, para ello se usó la ecuación de la recta de la segunda curva de calibración que presentó un R^2 =0.9973. (Tablas N°13 y 14). Con las concentraciones experimentales se calculó el porcentaje de recuperación para todas las muestras. (Tablas N°15 y 16)

Tabla N°15: Datos extraídos de los cromatogramas para las muestras que contienen disolvente dispersante Etanol para calcular la concentración experimental.

Etanol				
Muestra	**teórica mg/L**	**Intensidad de señal mAU.S**	**1°(mg/L) Experimental**	**2° (mg/L) Experimental**
Et-1	50.60	245.3	47.08	46.13
Et-2	50.60	263.2	50.68	49.68
Et-3	50.60	282.4	54.53	53.50
Et-4	50.60	230.7	44.15	43.23

Tabla N°16: Datos extraídos de los cromatogramas para las muestras que contienen disolvente dispersante Acetonitrilo para calcular la concentración experimental.

Acetonitrilo				
Muestra	**teórica mg/L**	**Intensidad de señal mAU.S**	**1° (mg/L) Experimental**	**2° (mg/L) Experimental**
ACN-1	50.60	263.3	50.70	49.70
ACN-2	50.60	292.8	56.62	55.56
ACN-3	50.60	251.8	48.39	47.42
ACN-4	50.60	327.5	63.58	62.46

Tabla N°17: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Etanol.

Etanol				
Muestra	**teórica mg/L**	**1° (mg/L) Experimental**	**2° (mg/L) Experimental**	**% Recuperación**
Et-1	50.60	47.08	46.13	91.16%
Et-2	50.60	50.68	49.68	98.19%
Et-3	50.60	54.53	53.50	105.73%
Et-4	50.60	44.15	43.23	85.43%

Tabla N°18: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Acetonitrilo.

Acetonitrilo				
Muestra	**Teórica mg/L**	**1° Experimental**	**2° Experimental**	**% Recuperación**
ACN-1	50.60	50.70	49.70	98.23%
ACN-2	50.60	56.62	55.56	109.81%
ACN-3	50.60	48.39	47.42	93.71%
ACN-4	50.60	63.58	62.46	123.43%

Para las muestras con disolvente dispersante Etanol p.a. se obtuvo porcentajes de recuperación por encima del 90.00% para el caso de Et-1, Et-2 para el caso de Et-3 se obtuvo un valor de 85.43% y para la muestra de Et-4 se obtuvo un porcentaje de recuperación por encima del 100%. Para las muestras con dispersante Acetonitrilo de grado HPLC la muestras ACN-1, ACN-3 se obtuvo un porcentaje del 98.230 % y 93.710% respectivamente, las muestras ACN-2 y ACN-4, su porcentaje de recuperación fue mayor al 100%. Una de las razones por las cuales se obtuvo estos valores elevados para algunas muestras fue que la columna estaba contaminada y estas impurezas hayan sido arrastradas por la fase móvil y el detector las identificó como parte de las muestras estudiadas. Los porcentajes de recuperación obtenidos en este trabajo fueron contrastados

con los reportados en publicaciones anteriores, lo que permitió establecer la consistencia y eficacia del método propuesto que obtuvieron porcentajes de recuperación del 70.0 – 103.5% y 85- 106.50% respectivamente encontradas en muestras reales de agua ambiental, agua del grifo y aguas residuales obtenidas localmente usando como disolventes dispersantes (acetona, metanol y acetonitrilo) y como extractante (undecanol, heptanol, 1-dodecanol) [45,59]. Asimismo en otra investigación de determinación de triclosán se obtuvo obtuvo porcentajes de recuperación de TCS del 84.4% al 96.8%, para muestras de agua residuales usando un volumen de muestra de 5 mL y como solvente dispersante THF y como extractor $C_6H_4Cl_2$. [Cha 2012] afirma obtener porcentajes de recuperación de TCS del 96.8 – 101.6% en muestras de biosólidos y suelo. Finalmente se pudo afirmar que los resultados obtenidos son favorables a las condiciones establecidas [5].

V.1.3. Pruebas en muestras de agua natural

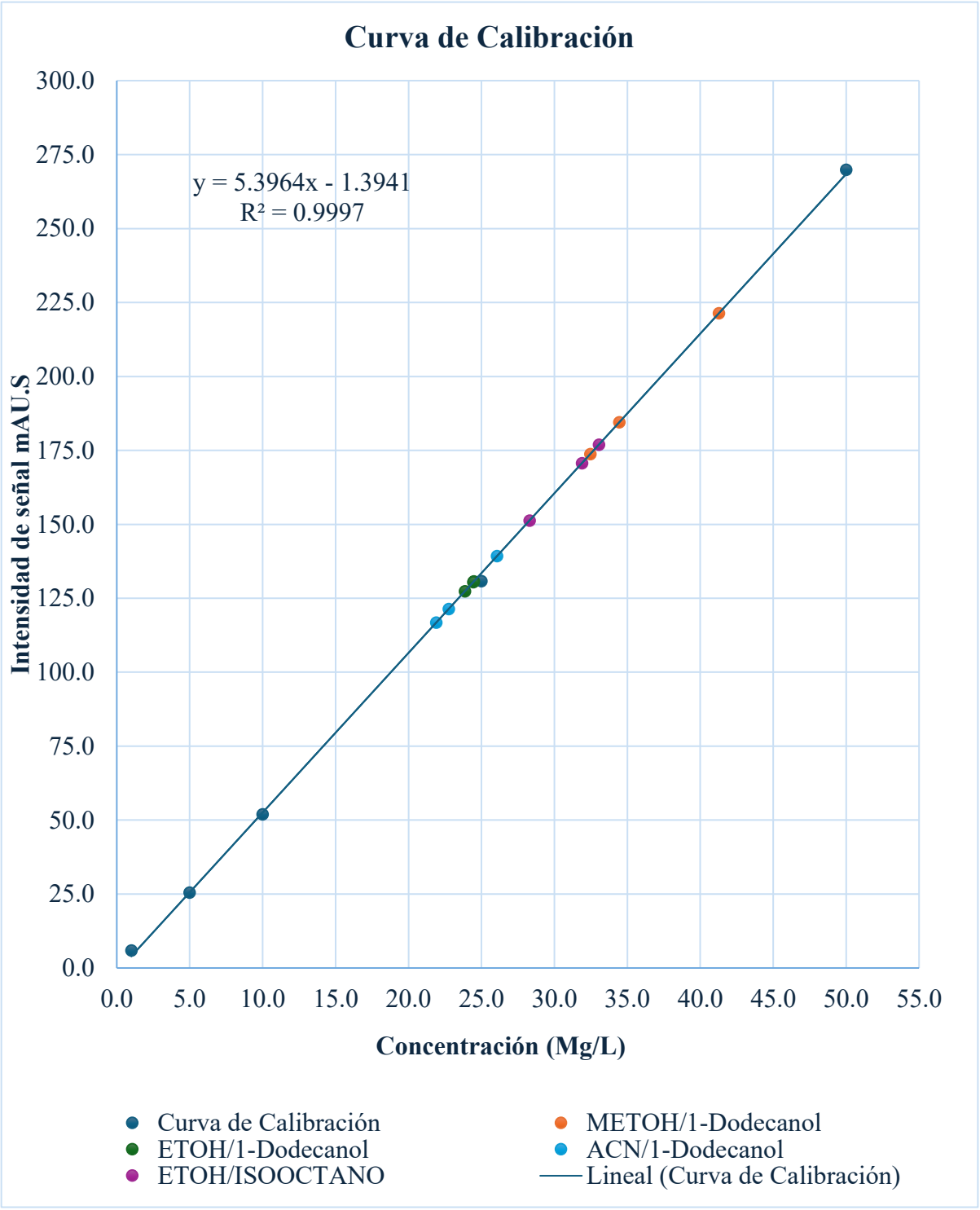
Continuando con el análisis en muestras reales se optó por el Río Trapiche, ubicado en el Km 40 de la carretera de Carabayllo, que luego toma su nombre más popular, Río Chillón. Cuando se aproxima al distrito de Carabayllo se observa que las aguas del río Chillón empiezan a ser afectadas por la contaminación, ya sea por el uso de pesticidas, acto humano y por los efluentes de la zona industrial. También se probó el usó de otro disolvente extractante, que cumpla con los requisitos para su aplicación en muestras reales.[67] En las últimas décadas, los investigadores se han enfocado en la miniaturización de las técnicas de extracción y el uso de disolventes verdes, que son menos dañinos para el medio ambiente. El objetivo de este enfoque es abordar los problemas ambientales y los desafíos relacionados con las matrices biológicas. La química analítica ecológica es la base de estas técnicas analíticas innovadoras [68]. Es por ello que se usó el de Iso-octano grado p.a como disolvente extractante. Varios estudios han utilizado isooctano como disolvente de extracción para la DLLME. Por ejemplo, en un estudio publicado en la revista Analytica Chimica Acta, el isooctano en la DLLME se utilizó para extraer un colorante de un producto de alimentos.[69] En otro estudio, se utilizó el isooctano en la DLLME para extraer compuestos aromáticos de muestras de agua [70].

Debido a su capacidad para formar gotas estables en la muestra acuosa y su alta capacidad de extracción para los analitos de interés, el isooctano demostró ser un disolvente de extracción efectivo en la DLLME en ambos estudios. Sin embargo, se debe tener en cuenta que la elección del disolvente de extracción en la DLLME depende del analito de

interés y las condiciones experimentales, y se deben realizar pruebas para determinar la eficiencia del disolvente de extracción en cada caso[11]. El isooctano es un hidrocarburo alifático que tiene una baja polaridad. Lo que se traduce a que no posee grupos funcionales polares, como los grupos hidroxilo (-OH) o los grupos carbonilo (C=O)[71]. La baja polaridad del Iso-octano lo hace compatible con compuestos no polares y polares, lo que facilita la extracción de estos compuestos en una fase orgánica. Tiene una buena solubilidad en muchos compuestos orgánicos no polares, lo que lo convierte en un disolvente eficaz para extraer y disolver sustancias lipofílicas[71,72]. Es por ello que el Iso-octano fue usado como agente extractante. Se realizó por triplicado el análisis por HPLC a las soluciones Stock para así obtener una linealidad con respecto al tiempo de retención y la Intensidad de señal (mAU.S) (Véase tabla N°19). Con los datos obtenidos se creó la curva de calibración (Véase Grafica N°4). Con ella se pudo obtener la ecuación de la gráfica y el r^2= 0.9997 y así poder calcular la concentración experimental presente en cada muestra y así obtener el % de recuperación del analito. Las muestras se realizaron por triplicado para así obtener una linealidad. Se observó que, para las muestras con dispersante metanol y acetonitrilo, cuyo agente extractante fue Iso-octano no hubo una eficaz separación a pesar de que se le aplicó una agitación con el equipo vortex a 6000 rpm por 5 minutos y un baño ultrasonido por 15 minutos a 43 kHz. Esto puede explicarse a la polaridad que existe con el acetonitrilo ya que posee un grupo –(CN) que hace poseer una polaridad mayor al iso-octano. Y con respecto al metanol el grupo (OH). Las fuerzas intermoleculares predominantes en el Iso-octano son las fuerzas de dispersión de London, que son interacciones débiles entre moléculas no polares.[72] El iso-octano es insoluble o apenas soluble en sustancias polares como el acetonitrilo y el metanol debido a la falta de afinidad entre las moléculas no polares y polares. Debido a que son fuerzas débiles estás se podrían romper mediante el uso de una centrifuga.

Tabla N°19: Datos extraídos por triplicado de los cromatogramas de la solución stock para la creación de la curva de calibración.

Patrón	Concentración mg/L	T. Retención (1) min	T. Retención (2) min	T. Retención (3) min	Intensidad de señal mAU.S (1)	Intensidad de señal mAU.S (2)	Intensidad de señal mAU.S (3)	T. Retención promedio min	Área promedio
P-1	1.0	4.174	4.026	4.177	6.0	6.0	5.8	4.126	5.933
P-2	5.0	4.198	4.341	4.223	26.0	25.2	25.2	4.254	25.0
P-3	10.0	4.256	4.273	4.342	51.5	51.3	53.2	4.290	52.0
P-4	25.0	4.317	4.265	4.41	131.5	130.2	130.7	4.331	130.8
P-5	50.0	4.346	4.445	4.523	268.9	271.2	269.6	4.438	269.86



Grafica N°4: Curva de calibración de las soluciones stock y las muestras problemas.

Se observó en la gráfica que para el disolvente extractante 1-dodecanol, las muestras con disolvente dispersante metanol, obtuvo mayor porcentaje de recuperación al 100% y que con acetonitrilo y etanol obtienen un rango de recuperación promedio del 90 % (Véase tabla N°19, 20, 21) lo que nos reconfirma que el 1-dodecanol es un excelente extractante para las muestra reales, debido a su solubilidad en una amplia gama de compuestos orgánicos y polares, y a su capacidad para formar complejos de inclusión con algunos compuestos orgánicos. Además, el 1-dodecanol es un alcohol de cadena larga que tiene una estructura hidrofóbica, lo que significa que tiene una afinidad por los compuestos orgánicos hidrófobos [59,73]. Para el usó de Iso-octano como extractante y Etanol como dispersante, se obtuvo un porcentaje de recuperación promedio del 116.55 % lo que nos confirma que el Iso-octano también es un buen agente extractante de triclosán para muestras reales.(Véase Tabla 22) Por ejemplo, un estudio publicado en la revista Journal of Separation Science encontró que el Iso-octano es un buen disolvente para la extracción del triclosán en muestras de agua, utilizando la técnica de microextracción en fase sólida (SPME) [12,74]. Esto se justifica debido a la fuerza de dispersión de London que es una fuerza intermolecular débil que surge de la fluctuación temporal de la distribución de electrones en las moléculas y que se produce entre todas las moléculas, independientemente de su polaridad [75,76]. Esta fuerza es la principal fuerza intermolecular presente en hidrocarburos como el Iso-octano. El triclosán es una molécula moderadamente polar, compuesta por un anillo aromático sustituido con grupos cloro y un grupo hidroxilo fenólico. Si bien no presenta cargas formales positivas o negativas bajo condiciones neutras, su estructura le confiere un comportamiento anfipático, con una región polar (–OH) y una región no polar (los anillos clorados), lo que favorece su interacción con distintos tipos de solventes [6,27,76]. La polaridad del triclosán le permite interactuar con el Iso-octano a través de la fuerza dipolo-dipolo, que es una fuerza intermolecular que surge de la interacción entre moléculas polares. Además de la fuerza dipolo-dipolo, el triclosán también puede interactuar con el Iso-octano a través de la fuerza de enlace de hidrógeno, que es una fuerza intermolecular que surge de la interacción entre un átomo de hidrógeno unido a un átomo electronegativo con un átomo electronegativo en otra molécula[75,76].

Tabla N°20: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante metanol.

Metanol	**1-dodecanol**				
Concentración teórica mg/L	**Muestra**	**mAU.S**	**Concentración Experimental mg/L**	**% Recuperación**	**T.Retención (min)**
26.67	MetOH-1	173.8	32.46	121.74%	4.052
26.67	MetOH-2	184.5	34.45	129.18%	4.085
26.67	MetOH-3	221.4	41.29	154.82%	4.068

Tabla N°21: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Etanol.

Etanol	**1-dodecanol**				
Concentración teórica mg/L	**Muestra**	**mAU.S**	**Concentración Experimental mg/L**	**% Recuperación**	**T. Retención (min)**
26.67	EtOH-1	130.7	24.48	91.79%	4.22
26.67	EtOH-2	127.4	23.87	89.50%	4.16
26.67	EtOH-3	130.5	24.44	91.65%	4.232

Tabla N°22: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Acetonitrilo.

Acetonitrilo	**1-dodecanol**				
Concentración teórica mg/L	**Muestra**	**mAU.S**	**Concentración Experimental mg/L**	**% Recuperación**	**T.Retención (min)**
26.67	ACN-1	139.3	26.07	97.77%	4.105
26.67	ACN-2	116.8	21.90	82.13%	4.1833
26.67	ACN-3	121.4	22.75	85.33%	4.161

Tabla N°23: Porcentaje de recuperación para las muestras que contienen disolvente dispersante Etanol y extractante Iso-octano

Etanol	**Iso-octano**				
Concentración teórica mg/L	**Muestra**	**Área**	**Concentración Experimental mg/L**	**% Recuperación**	**T.Retención (min)**
26.67	EtOH-1	151.3	28.30	106.11%	4.546
26.67	EtOH-2	170.7	31.89	119.59%	4.612
26.67	EtOH-3	176.97	33.05	123.95%	4.622

VI. CONCLUSIONES

- La adsorción del triclosán en medio acuoso sigue una relación lineal dentro del rango de concentraciones analizado. Esto indica que la metodología empleada es adecuada para la cuantificación del triclosán en estas condiciones.
- La selección adecuada del volumen del disolvente dispersante y extractante es crucial para maximizar la eficiencia de extracción del triclosán. Los volúmenes óptimos identificados permiten obtener una mayor recuperación del analito, mejorando la sensibilidad del método.
- Se comprobó que mediante DLLME y la técnica analítica de HPLC se determinó la concentración en mg/L de triclosán tanto en agua purificada fortificada como en muestras de agua natural fortificadas (agua del Río Trapiche), usando disolventes dispersantes no tóxicos como metanol, etanol y acetonitrilo, y disolventes extractantes 1-dodecanol e iso-octano ambos de grado p.a. Obteniendo porcentajes de recuperación entre 97-113% para un volumen optimizado de 3.0 mL y 1.5 mL de dispersante y extractante respectivamente.
- El método optimizado de microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) es efectivo para la detección y cuantificación del triclosán en muestras de aguas reales. La aplicación del método en fuentes de agua demuestra su validez y utilidad práctica para el análisis ambiental.

VII. RECOMENDACIONES

- Filtrar las soluciones usando filtros de Nylon de 0.45 µ antes de ser trasvasadas a los viales cromatográficos.
- Usar una solución Buffer para mejorar la estabilidad del TCS en la muestra acuosa y así obtener un mayor porcentaje de recuperación
- Para el análisis por HPLC, se debería analizar con un detector de arreglo de diodos, para obtener información de la selectividad del método de ensayo propuesto.
- Para no obtener una superposición con el MTCS y el TCS se debería realizar una derivatización para obtener solo el TCS. Esta estrategia permite modificar el grupo hidroxilo fenólico del TCS, facilitando su diferenciación respecto al MTCS durante la separación cromatográfica. Para este fin, se sugiere el uso de cloruro de dansilo (Dansyl-Cl) como reactivo derivatizante.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

[1] Taheran M, Naghdi M, Brar SK, Verma M, Surampalli RY. Emerging contaminants: Here today, there tomorrow! Environmental Nanotechnology, Monitoring and Management 2018;10:122–6. https://doi.org/10.1016/j.enmm.2018.05.010.

[2] Arbeláez Salazar PA. CONTAMINANTES EMERGENTES EN AGUAS RESIDUALES Y DE RÍO Y FANGOS DE DEPURADORA. Universitat Rovira i Virgili, 2016.

[3] Murray KE, Thomas SM, Bodour AA. Prioritizing research for trace pollutants and emerging contaminants in the freshwater environment. Environmental Pollution 2010;158:3462–71. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2010.08.009.

[4] Caliman FA, Gavrilescu M. Pharmaceuticals, personal care products and endocrine disrupting agents in the environment - A review. Clean - Soil, Air, Water 2009;37:277–303. https://doi.org/10.1002/clen.200900038.

[5] Alshishani A, Saaid M, Basheer C, Saad B. High performance liquid chromatographic determination of triclosan, triclocarban and methyl-triclosan in wastewater using mini-bar micro-solid phase extraction. Microchemical Journal 2019;147:339–48. https://doi.org/10.1016/j.microc.2019.03.044.

[6] Greyshock AE, Vikesland PJ. Triclosan reactivity in chloraminated waters. Environmental Science and Technology 2006;40:2615–22. https://doi.org/10.1021/es051952d.

[7] Bergler G, Nolleau V, Picou C, Perez M, Ortiz-Julien A, Brulfert M, et al. Dispersive Liquid-Liquid Microextraction for the Quantitation of Terpenes in Wine. Journal of Agricultural and Food Chemistry 2020;68:13302–9. https://doi.org/10.1021/acs.jafc.9b08222.

[8] Cruz-Vera M. Dispersive Liquid-Liquid Microextraction. Encyclopedia of Analytical Chemistry, John Wiley & Sons, Ltd; 2010. https://doi.org/10.1002/9780470027318.a9172.

[9] Pawliszyn J. Sample preparation: Quo vadis? Analytical Chemistry 2003;75:2543–58. https://doi.org/10.1021/ac034094h.

[10] Xia L, Yang J, Su R, Zhou W, Zhang Y, Zhong Y, et al. Recent Progress in Fast Sample Preparation Techniques. Analytical Chemistry 2020;92:34–48. https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b04735.

[11] Rezaee M, Yamini Y, Faraji M. Evolution of dispersive liquid-liquid microextraction method. Journal of Chromatography A 2010;1217:2342–57. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2009.11.088.

[12] Alahmad W, Kaya SI, Cetinkaya A, Varanusupakul P, Ozkan SAA. Green chemistry methods for food analysis: Overview of sample preparation and determination. Advances in Sample Preparation 2023;5:100053. https://doi.org/10.1016/J.SAMPRE.2023.100053.

[13] Oscar Willian Vega Bustillos São Paulo J. Avaliação de compostos orgânicos semi-voláteis em amostras de águas subterrâneas via CG/EM utilizando microextração

líquido-líquido dispersivo - DLLME 2014. https://doi.org/10.11606/D.85.2014.TDE-22102014-100057.

[14] De Oliveira LH, Trindade MAG. Baseline-Corrected Second-Order Derivative Electroanalysis Combined with Ultrasound-Assisted Liquid-Liquid Microextraction: Simultaneous Quantification of Fluoroquinolones at Low Levels. Analytical Chemistry 2016;88:6554–62. https://doi.org/10.1021/acs.analchem.6b01379.

[15] Leong MI, Fuh MR, Huang S Da. Beyond dispersive liquid-liquid microextraction. Journal of Chromatography A 2014;1335:2–14. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2014.02.021.

[16] Li MJ, Zhang HY, Liu XZ, Cui CY, Shi ZH. Progress of extraction solvent dispersion strategies for dispersive liquid-liquid microextraction. Chinese Journal of Analytical Chemistry 2015;43:1231–40. https://doi.org/10.1016/S1872-2040(15)60851-9.

[17] Grandy JJ, Singh V, Lashgari M, Gauthier M, Pawliszyn J. Development of a Hydrophilic Lipophilic Balanced Thin Film Solid Phase Microextraction Device for Balanced Determination of Volatile Organic Compounds. Analytical Chemistry 2018;90:14072–80. https://doi.org/10.1021/acs.analchem.8b04544.

[18] Sajid M. Dispersive liquid-liquid microextraction: Evolution in design, application areas, and green aspects. TrAC Trends in Analytical Chemistry 2022;152:116636. https://doi.org/10.1016/j.trac.2022.116636.

[19] Ojeda CB, Rojas FS. Separation and preconcentration by dispersive liquid-liquid microextraction procedure: Recent applications. Chromatographia 2011;74:651–79. https://doi.org/10.1007/s10337-011-2124-1.

[20] Faraji H. Advancements in overcoming challenges in dispersive liquid-liquid microextraction: An overview of advanced strategies. TrAC - Trends in Analytical Chemistry 2024;170. https://doi.org/10.1016/j.trac.2023.117429.

[21] Dann AB, Hontela A. Triclosan: Environmental exposure, toxicity and mechanisms of action. Journal of Applied Toxicology 2011;31:285–311. https://doi.org/10.1002/jat.1660.

[22] Netzahuatl-Muñoz AR, Rodríguez-Cuamatzi P. Revisión sobre la ocurrencia de triclosán en aguas subterráneas y tendencias tecnológicas para su remoción. Alianzas y Tendencias BUAP 2020;2:99–135.

[23] Chafloque WAL. NORMATIVA Y PROCEDIMIENTO VIGILANCIA SANITARIA Productos Desinfectantes y Plaguicidas (Ámbito de uso: Doméstico, Industrial y Salud Pública) DIRECCION DE CONTROL y VIGILANCIA-SUSTANCIAS QUIMICAS. n.d.

[24] Yost LJ, Barber TR, Gentry PR, Bock MJ, Lyndall JL, Capdevielle MC, et al. Evaluation of triclosan in Minnesota lakes and rivers: Part II - human health risk assessment. Ecotoxicology and Environmental Safety 2017;142:588–96. https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2017.04.048.

[25] McMurry LM, Oethinger M, Levy SB. Triclosan targets lipid synthesis [4]. Nature 1998;394:531–2. https://doi.org/10.1038/28970.

[26] Orvos DR, Versteeg DJ, Inauen J, Capdevielle M, Rothenstein A, Cunningham V. Aquatic toxicity of triclosan. Environmental Toxicology and Chemistry 2002;21:1338–49. https://doi.org/10.1002/etc.5620210703.

[27] Levy CW, Roujeinikova A, Sedelnikova S, Baker PJ, Stuitje AR, Slabas AR, et al. Molecular basis of triclosan activity [9]. Nature 1999;398:383–4. https://doi.org/10.1038/18803.

[28] Vosátka R, Krátký M, Vinšová J. Triclosan and its derivatives as antimycobacterial active agents. European Journal of Pharmaceutical Sciences 2018;114:318–31. https://doi.org/10.1016/j.ejps.2017.12.013.

[29] Sabaliunas D, Webb SF, Hauk A, Jacob M, Eckhoff WS. Environmental fate of Triclosan in the River Aire Basin, UK. Water Research 2003;37:3145–54. https://doi.org/10.1016/S0043-1354(03)00164-7.

[30] Bhargava HN, Leonard PA. Triclosan: Applications and safety. American Journal of Infection Control 1996;24:209–18. https://doi.org/10.1016/S0196-6553(96)90017-6.

[31] Peña-Álvarez A, Castillo-Alanís A. Identificación y cuantificación de contaminantes emergentes en aguas residuales por microextracción en fase sólida-cromatografía de gases-espectrometría de masas (MEFS-CG-EM). TIP 2015;18:29–42. https://doi.org/10.1016/j.recqb.2015.05.003.

[32] CH3COOLi.H20------AIST:Spectral Database for Organic Compounds,SDBS n.d.

[33] Zhang J, Wang Z, Dai Y, Zhang L, Guo J, Lv S, et al. Multiple mediation effects on association between prenatal triclosan exposure and birth outcomes. Environmental Research 2022;215:114226. https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.114226.

[34] Chormey DS, Bakirdere S. Principles and Recent Advancements in Microextraction Techniques. Comprehensive Analytical Chemistry 2018;81:257–94. https://doi.org/10.1016/bs.coac.2018.03.011.

[35] Spietelun A, Marcinkowski Ł, De La Guardia M, Namieśnik J. Green aspects, developments and perspectives of liquid phase microextraction techniques. Talanta 2014;119:34–45. https://doi.org/10.1016/j.talanta.2013.10.050.

[36] Kokosa JM. Advances in solvent-microextraction techniques. TrAC - Trends in Analytical Chemistry 2013;43:2–13. https://doi.org/10.1016/j.trac.2012.09.020.

[37] Kokosa JM. Solvent Microextraction☆. Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering, Elsevier; 2015. https://doi.org/10.1016/b978-0-12-409547-2.11640-3.

[38] Kokosa JM. Selecting an Appropriate Solvent Microextraction Mode for a Green Analytical Method. vol. 76. 2017. https://doi.org/10.1016/bs.coac.2016.12.001.

[39] Kokosa JM. Solvent microextraction. Comprehensive Sampling and Sample Preparation: Analytical Techniques for Scientists 2012:151–80. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-381373-2.00151-4.

[40] Campillo N, Viñas P, Šandrejová J, Andruch V. Ten years of dispersive liquid–liquid microextraction and derived techniques. Http://DxDoiOrg/101080/0570492820161224240 2016;52:267–415. https://doi.org/10.1080/05704928.2016.1224240.

[41] Kokosa JM. Dispersive liquid-liquid microextraction. 2019. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816911-7.00016-5.

[42] Trujillo-Rodríguez M. Desarrollo de metodologías analíticas de microextracción empleando novedosos materiales basados en líquidos iónicos y sus derivados 2017.

[43] Šandrejová J, Campillo N, Viñas P, Andruch V. Classification and terminology in dispersive liquid–liquid microextraction. Microchemical Journal 2016;127:184–6. https://doi.org/10.1016/J.MICROC.2016.03.007.

[44] Cruz-Vera M. Dispersive Liquid–Liquid Microextraction. Encyclopedia of Analytical Chemistry 2010. https://doi.org/10.1002/9780470027318.A9172.

[45] Zhao RS, Wang X, Sun J, Wang SS, Yuan JP, Wang XK. Trace determination of triclosan and triclocarban in environmental water samples with ionic liquid dispersive liquid-phase microextraction prior to HPLC-ESI-MS-MS. Analytical and Bioanalytical Chemistry 2010;397:1627–33. https://doi.org/10.1007/s00216-010-3664-1.

[46] Montes R, Rodríguez I, Rubí E, Cela R. Dispersive liquid-liquid microextraction applied to the simultaneous derivatization and concentration of triclosan and methyltriclosan in water samples. Journal of Chromatography A 2009;1216:205–10. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2008.11.068.

[47] Liu T, Wu D. High-performance liquid chromatographic determination of triclosan and triclocarban in cosmetic products. International Journal of Cosmetic Science 2012;34:489–94. https://doi.org/10.1111/j.1468-2494.2012.00742.x.

[48] González-Castro MJ, Uribe-Ares J, Muniategui-Lorenzo S, Beceiro-González E. Development of a dispersive liquid-liquid microextraction method for the determination of plastic additives in seawater. Analytical Methods 2024;16:1603–10. https://doi.org/10.1039/d3ay01948a.

[49] Zang XH, Wu QH, Zhang MY, Xi GH, Wang Z. Developments of dispersive liquid-liquid microextraction technique. Fenxi Huaxue/ Chinese Journal of Analytical Chemistry 2009;37:161–8. https://doi.org/10.1016/S1872-2040(08)60082-1.

[50] Bocato MZ, Cesila CA, Lataro BF, de Oliveira ARM, Campíglia AD, Barbosa F. A fast-multiclass method for the determination of 21 endocrine disruptors in human urine by using vortex-assisted dispersive liquid-liquid microextraction (VADLLME) and LC-MS/MS. Environmental Research 2020;189:109883. https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.109883.

[51] Letseka T, George MJ. Development of a coupled dispersive liquid-liquid micro-extraction with supported liquid phase micro-extraction for triclosan determination in wastewater. Water SA 2018;44:13–9. https://doi.org/10.4314/wsa.v44i1.02.

[52] Liu Z chan, Yang L, Xing R rong, Chen X, Bai X hong, Hu S. Three phase dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) based on reverse micelles for the enrichment of Q-markers of cinnamic acids in traditional Chinese medicine.

Instrumentation Science and Technology 2021;49:671–84. https://doi.org/10.1080/10739149.2021.1935273.

[53] Alsharif AMA, Choo YM, Tan GH, Abdulra'uf LB. Determination of Mycotoxins Using Hollow Fiber Dispersive Liquid–Liquid–Microextraction (HF-DLLME) Prior to High-Performance Liquid Chromatography–Tandem Mass Spectrometry (HPLC - MS/MS). Analytical Letters 2019;52:1976–90. https://doi.org/10.1080/00032719.2019.1587766.

[54] Sá SVM d., Fernandes JO, Cunha SC. In situ acetylation dispersive liquid–liquid microextraction followed by gas chromatography–mass spectrometry for the simultaneous determination of musks, triclosan and methyl-triclosan in wastewaters. International Journal of Environmental Analytical Chemistry 2019;99:1–15. https://doi.org/10.1080/03067319.2019.1566955.

[55] AlSalem HS, Algethami FK, Ali MA, Mansour FR. Development of an ecofriendly dispersive liquid phase microextraction method for the preconcentration of β-blockers in waste and environmental samples. Microchemical Journal 2024;205:111279. https://doi.org/10.1016/j.microc.2024.111279.

[56] Farajzadeh MA, Khoshmaram L. Development of dispersive liquid-liquid microextraction technique using ternary solvents mixture followed by heating for the rapid and sensitive analysis of phthalate esters and di(2-ethylhexyl) adipate. Journal of Chromatography A 2015;1379:24–33. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2014.12.049.

[57] Rodríguez-Cáceres MI, Palomino-Vasco M, Mora-Diez N, Acedo-Valenzuela MI. Dispersive liquid-liquid microextraction for a rapid determination of glyoxal in

alcoholic beverages. Talanta 2017;168:100–4. https://doi.org/10.1016/j.talanta.2017.03.031.

[58] Dmitrienko SG, Apyari V V., Tolmacheva V V., Gorbunova M V. Dispersive Liquid–Liquid Microextraction of Organic Compounds: An Overview of Reviews. Journal of Analytical Chemistry 2020;75:1237–51. https://doi.org/10.1134/S1061934820100056.

[59] Zheng C, Zhao J, Bao P, Gao J, He J. Dispersive liquid-liquid microextraction based on solidification of floating organic droplet followed by high-performance liquid chromatography with ultraviolet detection and liquid chromatography-tandem mass spectrometry for the determination of triclosa. Journal of Chromatography A 2011;1218:3830–6. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2011.04.050.

[60] HODGMAN CD. Handbook of Chemistry and Physics. Soil Science 1951;71:246. https://doi.org/10.1097/00010694-195103000-00018.

[61] Lide DR, Baysinger G, Berger LI. CRC Handbook of Chemistry and Physics, 87th ed Editor-in-Chief: David R. Lide (National Institute of Standards and Technology). CRC Press/Taylor and Francis Group: Boca Raton, FL. 2006. 2608 pp. $139.95. ISBN 0-8493-0487-3. Journal of the American Chemical Society 2007;129:724–724. https://doi.org/10.1021/ja069813z.

[62] Shaikh N, Taujale S, Zhang H, Artyushkova K, Ali AMS, Cerrato JM. Spectroscopic Investigation of Interfacial Interaction of Manganese Oxide with Triclosan, Aniline, and Phenol. Environmental Science and Technology 2016;50:10978–87. https://doi.org/10.1021/acs.est.6b02673.

[63] Liu T, Wu D. High-performance liquid chromatographic determination of triclosan and triclocarban in cosmetic products. International Journal of Cosmetic Science 2012;34:489–94. https://doi.org/10.1111/j.1468-2494.2012.00742.x.

[64] Sereshti H, Khorram P, Nouri N. Recent trends in replacement of disperser solvent in dispersive liquid-liquid microextraction methods. Separation and Purification Reviews 2019;48:159–78. https://doi.org/10.1080/15422119.2018.1460851.

[65] Netzahuatl-Muñoz AR, Rodríguez-Cuamatzi P. Revisión sobre la ocurrencia de triclosán en aguas subterráneas y tendencias tecnológicas para su remoción. Alianzas y Tendencias BUAP 2020;2:99–135.

[66] Michael Lynch, Weirner E. Liquid column HPLC: the basic system chromatography High pressure. 1977.

[67] Cha J, Cupples AM. Determination of triclocarban and triclosan in biosolid and soil samples by application of pressurized liquid extraction and liquid chromatography with tandem mass spectrometry. Geosystem Engineering 2012;15:280–91. https://doi.org/10.1080/12269328.2012.732316.

[68] Contreras L. La Contaminación por Hierro - Plomo y su afectación en parámetros de Calidad del Agua en el río Chillón, estación San Diego – Noviembre, 2018. 2018.

[69] Sauvé S, Desrosiers M. A review of what is an emerging contaminant. Chemistry Central Journal 2014;8:1–7. https://doi.org/10.1186/1752-153X-8-15.

[70] Gebreyohannes BE, Dube S, Nindi MM. Simultaneous Determination of Multiple Contaminants in Chicken Liver Using Dispersive Liquid-Liquid Microextraction

(DLLME) Detected by LC-HRMS/MS. Foods 2023;12:2594. https://doi.org/10.3390/FOODS12132594/S1.

[71] Temerdashev Z, Prasad S, Musorina T, Chervonnaya T, Arutyunyan Z. Simultaneous Dispersive Liquid–Liquid Microextraction and Determination of Different Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Surface Water. Molecules 2022;27. https://doi.org/10.3390/MOLECULES27238586.

[72] Du C, He W, Yin T, Shen W. Volumetric properties of water/AOT/isooctane microemulsions. Langmuir 2014;30:15135–42. https://doi.org/10.1021/LA5041344/SUPPL_FILE/LA5041344_SI_001.PDF.

[73] Glockler G, Sage C. Hindered Rotation in Halogenated Ethanes. The Journal of Chemical Physics 1941;9:387–9. https://doi.org/10.1063/1.1750919.

[74] Tewari YB. Thermodynamics of the lipase-catalyzed esterification of 1-dodecanoic acid and 1-dodecanol in organic solvents. Journal of Chemical and Engineering Data 1998;43:750–5. https://doi.org/10.1021/je980021x.

[75] Woźniczka K, Konieczyński P, Plenis A, Bączek T, Roszkowska A. SPME as a green sample-preparation technique for the monitoring of phytocannabinoids and endocannabinoids in complex matrices. Journal of Pharmaceutical Analysis 2023. https://doi.org/10.1016/J.JPHA.2023.06.014.

[76] Gomis V, Pedraza R, Francés O, Font A, Asensi JC. Dehydration of Ethanol Using Azeotropic Distillation with Isooctane. Industrial and Engineering Chemistry Research 2007;46:4572–6. https://doi.org/10.1021/IE0616343.

[77] Pequenín A, Asensi JC, Gomis V. Isobaric Vapor−Liquid−Liquid Equilibrium and Vapor−Liquid Equilibrium for the Quaternary System Water−Ethanol−Cyclohexane−Isooctane at 101.3 kPa. Journal of Chemical and Engineering Data 2009;55:1227–31. https://doi.org/10.1021/JE900604A.

IX. ANEXOS

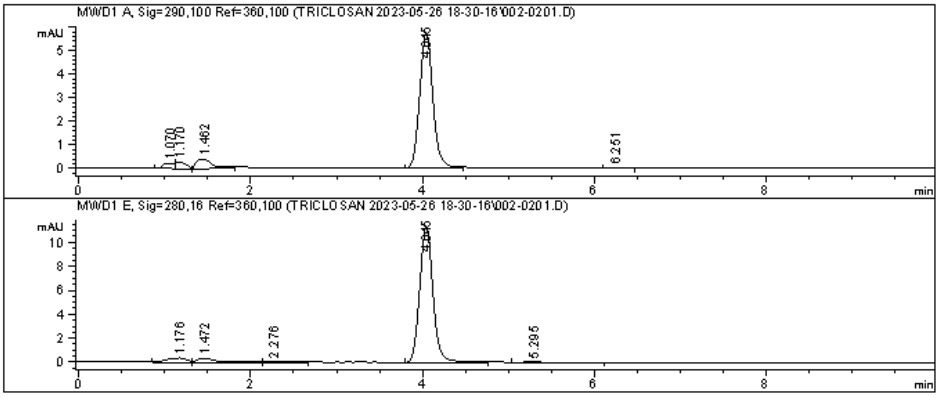
A. Primera curva de calibración por el método de estándar externo de triclosán utilizando como blanco metanol.

Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\002-0201.D
Sample Name: TCS/METOH 10ppm

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 2
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 2
Injection Date	: 26/05/2023 06:43:08 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 26/05/2023 03:41:03 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 10/03/2025 01:06:10 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA (modified after loading)		

Sample-related custom fields:

Name	Value



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	1.070	BV	0.1107	1.93851	2.29176e-1	2.7413
2	1.170	VV	0.1169	2.32345	2.79712e-1	3.2856
3	1.462	VB	0.1647	5.18210	3.96019e-1	7.3281
4	4.045	BB	0.1643	61.09209	5.73309	86.3918
5	6.251	BB	0.1361	1.78967e-1	1.60521e-2	0.2531
Totals :				70.71511	6.65405	

HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) 10/03/2025 01:12:12 p.m. USAQ CROMATOGRAFIA Page 3 of 4

Cromatograma para curva de calibración n°1 con una concentración de 10.0 mg/L TCS/METOH

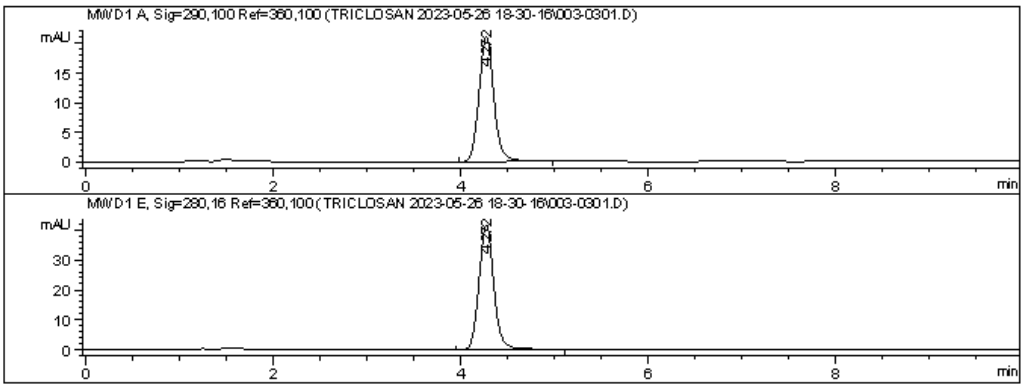
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\003-0301.D
Sample Name: TCS/METOH 30ppm

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 3
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 3
Injection Date	: 26/05/2023 06:54:44 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 26/05/2023 03:41:03 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M (Sequence Method)		
Last changed	: 10/03/2025 02:15:58 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Instrument run completed	19:04:48 05/26/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	19:04:49 05/26/23
Method	Saving Method RUN.M	19:04:51 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 003-0301.D	19:04:52 05/26/23
Method	Method completed	19:05:01 05/26/23
Method	Method started: line# 3 vial# 3 inj# 1	20:14:53 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 003-0301.D	20:14:53 05/26/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis>t	20:14:53 05/26/23
Method	Method completed	20:14:55 05/26/23
Method	Method started: line# 3 vial# 3 inj# 1	13:32:35 03/10/25
CP Macro	Analyzing rawdata 003-0301.D	13:32:35 03/10/25
Method	Method completed	13:32:36 03/10/25



Cromatograma para curva de calibración n°1 con una concentración de 30.0 mg/L TCS/METOH

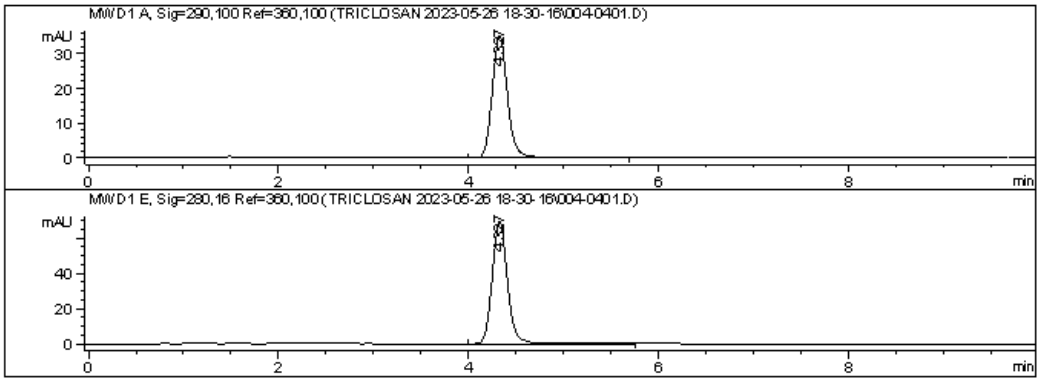
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\004-0401.D
Sample Name: TCS/METOH 50ppm

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 4
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 4
Injection Date	: 26/05/2023 07:06:19 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 26/05/2023 03:41:03 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M (Sequence Method)		
Last changed	: 10/03/2025 02:19:38 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA (modified after loading)		

Sample-related custom fields:

Name	Value

THM	Column temperature = 30.3 °C	19:16:21 05/26/23
Method	Instrument run completed	19:16:23 05/26/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	19:16:24 05/26/23
Method	Saving Method RUN.M	19:16:26 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 004-0401.D	19:16:26 05/26/23
Method	Method completed	19:16:35 05/26/23
Method	Method started: line# 4 vial# 4 inj# 1	20:14:55 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 004-0401.D	20:14:55 05/26/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exist	20:14:56 05/26/23
Method	Method completed	20:14:57 05/26/23
Method	Method started: line# 4 vial# 4 inj# 1	13:32:36 03/10/25
CP Macro	Analyzing rawdata 004-0401.D	13:32:37 03/10/25
Method	Method completed	13:32:37 03/10/25



Cromatograma para curva de calibración n°1 con una concentración de 50.0 mg/L TCS/METOH

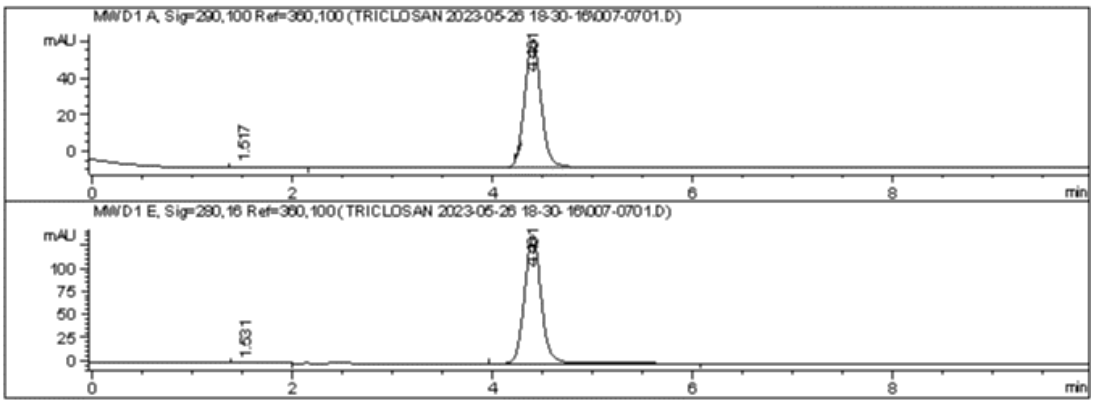
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\007-0701.D
Sample Name: TCS/METOH 100ppm

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 7
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 7
Injection Date	: 26/05/2023 07:41:04 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 26/05/2023 03:41:03 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M (Sequence Method)		
Last changed	: 10/03/2025 02:06:54 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA (modified after loading)		

Sample-related custom fields:

Name	Value

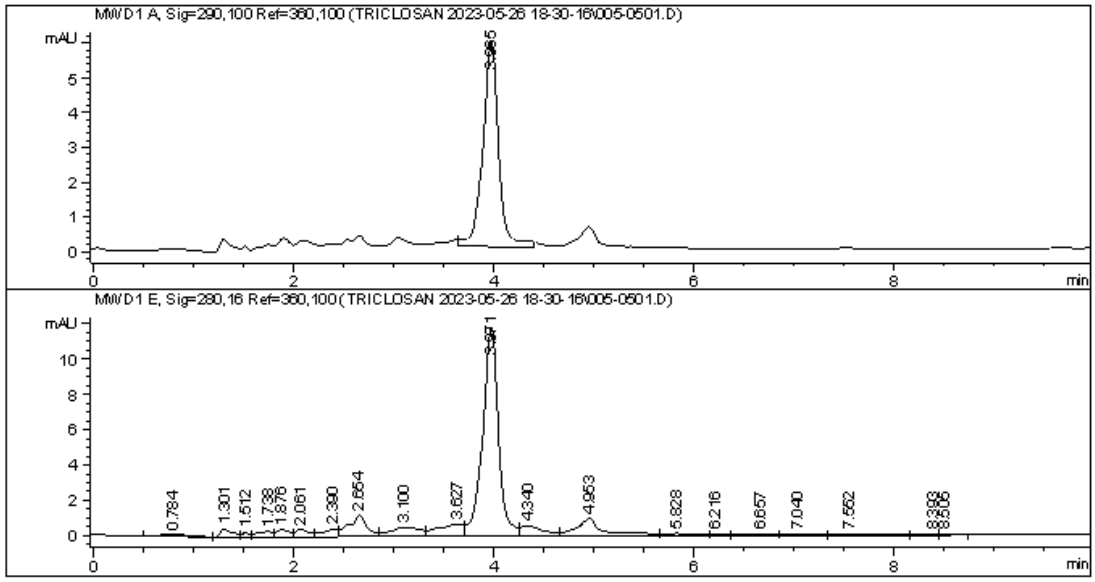
THM	Column temperature = 30.1 °C	19:51:07 05/26/23
Method	Instrument run completed	19:51:09 05/26/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	19:51:10 05/26/23
Method	Saving Method RUN.M	19:51:12 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 007-0701.D	19:51:12 05/26/23
Method	Method completed	19:51:21 05/26/23
Method	Method started: line# 7 vial# 7 inj# 1	20:15:00 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 007-0701.D	20:15:01 05/26/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis> t	20:15:01 05/26/23
Method	Method completed	20:15:03 05/26/23
Method	Method started: line# 7 vial# 7 inj# 1	13:32:40 03/10/25
CP Macro	Analyzing rawdata 007-0701.D	13:32:41 03/10/25
Method	Method completed	13:32:41 03/10/25



Cromatograma para la curva de calibración n°1 con una concentración de 100.0 mg/L TCS/METOH

Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\005-0501.D
Sample Name: TCS/DODE M1

Method	Method completed	19:28:10 05/26/23
Method	Method started: line# 5 vial# 5 inj# 1	20:14:57 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 005-0501.D	20:14:57 05/26/23
Method	Method completed	20:14:59 05/26/23
Method	Method started: line# 5 vial# 5 inj# 1	13:32:37 03/10/25
CP Macro	Analyzing rawdata 005-0501.D	13:32:38 03/10/25
Method	Method completed	13:32:39 03/10/25



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	3.965	BB	0.1963	64.94253	5.72890	100.0000
Totals :				64.94253	5.72890	

Cromatograma para curva de calibración n°1 de la muestra M1

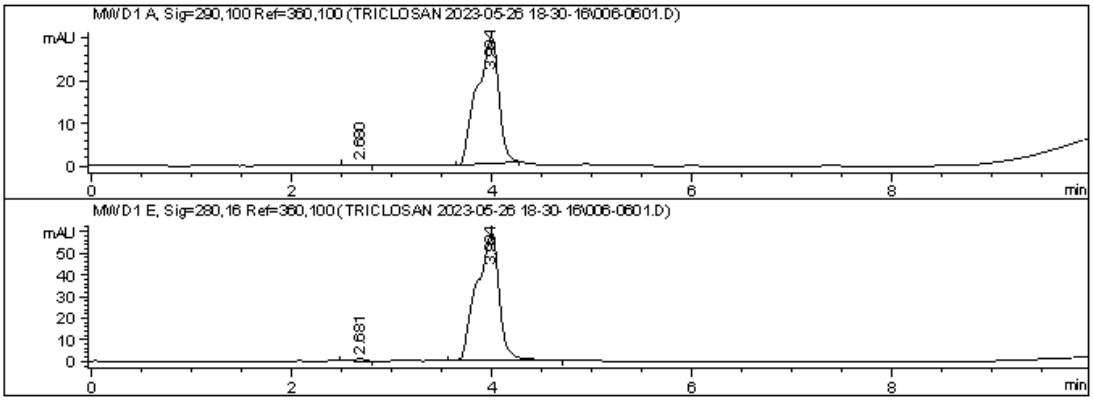
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\006-0601.D
Sample Name: TCS/DODEC M2

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 6
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 6
Injection Date	: 26/05/2023 07:29:28 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 26/05/2023 03:41:03 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-05-26 18-30-16\TRICLOSAN.M (Sequence Method)		
Last changed	: 10/03/2025 02:05:18 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA (modified after loading)		

Sample-related custom fields:

Name	Value

PUMP	Pressure = 96.0 bar	19:39:30 05/26/23
Method	Instrument run completed	19:39:32 05/26/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	19:39:34 05/26/23
Method	Saving Method RUN.M	19:39:36 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 006-0601.D	19:39:36 05/26/23
Method	Method completed	19:39:45 05/26/23
Method	Method started: line# 6 vial# 6 inj# 1	20:14:59 05/26/23
CP Macro	Analyzing rawdata 006-0601.D	20:14:59 05/26/23
Method	Method completed	20:15:00 05/26/23
Method	Method started: line# 6 vial# 6 inj# 1	13:32:39 03/10/25
CP Macro	Analyzing rawdata 006-0601.D	13:32:39 03/10/25
Method	Method completed	13:32:40 03/10/25



Cromatograma para la curva de calibración n°1 de la muestra M2

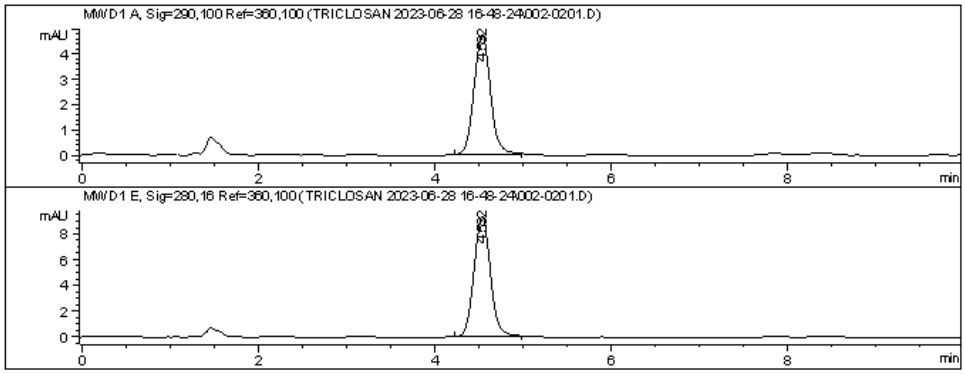
B. Segunda curva de calibración por el método de estándar externo de triclosán utilizando como blanco metanol.

```
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\002-0201.D
Sample Name: TCS/MEOTH 10 ppm
    ======================================================================
    Acq. Operator   : USAQ CROMATOGRAFIA             Seq. Line :   2
    Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)       Location : Vial 2
    Injection Date  : 28/06/2023 05:01:19 p.m.             Inj :   1
                                                    Inj Volume : 20.0 µl
    Acq. Method     : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\TRICLOSAN.M
    Last changed    : 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
    Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
    Last changed    : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

    Sample-related custom fields:

    Name                          |Value
    ------------------------------|---------------------------------------
    ======================================================================

    PUMP         Pressure = 118.7 bar                          17:11:20 06/28/23
    Method       Instrument run completed                      17:11:25 06/28/23
    Method       Saving Method TRICLOSAN.M                     17:11:28 06/28/23
    Method       Saving Method RUN.M                           17:11:31 06/28/23
    CP Macro     Analyzing rawdata 002-0201.D                  17:11:31 06/28/23
    CP Macro     Recalibration not done: Level 1 doesn't exis> 17:11:36 06/28/23
                 t
    Method       Method completed                              17:11:40 06/28/23
    ======================================================================
```




```
    ======================================================================
                            Area Percent Report
    ======================================================================

    Sorted By             :      Signal
    Multiplier:                   :      1.0000
    Dilution:                     :      1.0000
    Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
```


Cromatograma para la curva de calibración n°2 con una concentración de 10.0 mg/L TCS/METOH

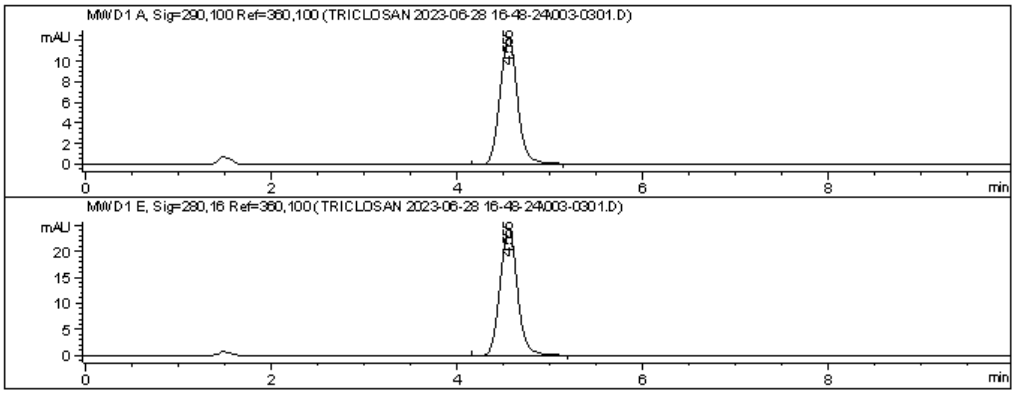
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\003-0301.D
Sample Name: TCS/METOH 30ppm

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 3
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 3
Injection Date : 28/06/2023 05:12:57 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\TRICLOSAN.M
Last changed : 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

PUMP	Pressure = 117.9 bar	17:23:00 06/28/23
Method	Instrument run completed	17:23:03 06/28/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:23:04 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	17:23:06 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 003-0301.D	17:23:06 06/28/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis> t	17:23:11 06/28/23
Method	Method completed	17:23:15 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma curva de calibración n°2 con una concentración de 30.0 mg/L TCS/METOH

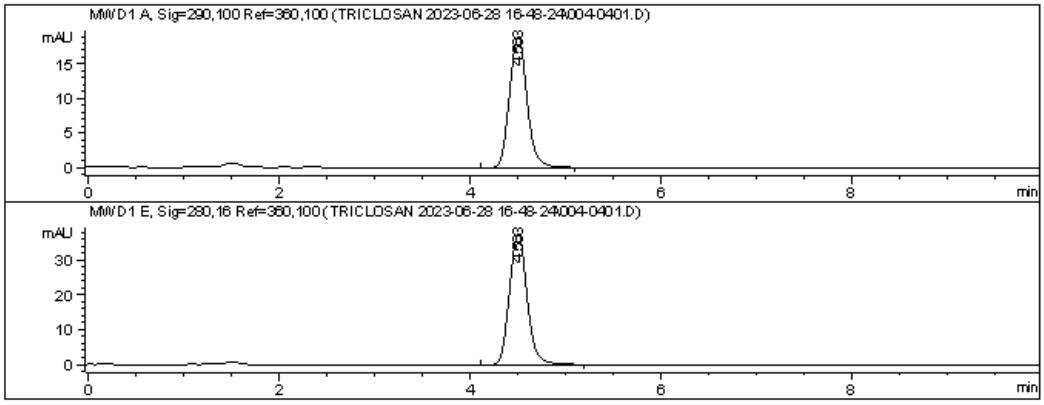
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\004-0401.D
Sample Name: TCS/MEOHT 50 ppm

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 4
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 4
Injection Date	: 28/06/2023 05:24:32 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		

Sample-related custom fields:

Name	Value

PUMP	Pressure = 120.3 bar	17:34:34 06/28/23
Method	Instrument run completed	17:34:36 06/28/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:34:38 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	17:34:40 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 004-0401.D	17:34:40 06/28/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis> t	17:34:45 06/28/23
Method	Method completed	17:34:49 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma curva de calibración n°2 con una concentración de 50.0 mg/L TCS/METOH

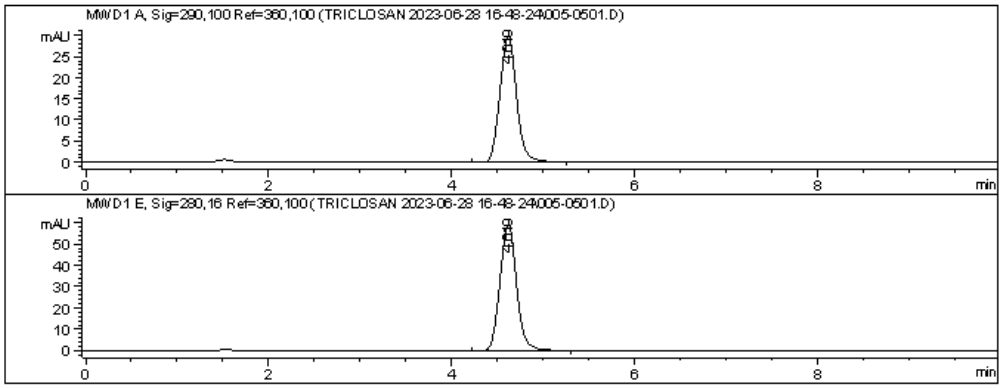
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\005-0501.D
Sample Name: TCS/MEOHT 70 ppm

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 5
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 5
Injection Date	: 28/06/2023 05:36:06 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		

Sample-related custom fields:

Name	Value

PUMP	Pressure = 120.8 bar	17:46:09 06/28/23
Method	Instrument run completed	17:46:11 06/28/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:46:12 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	17:46:14 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 005-0501.D	17:46:14 06/28/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis> t	17:46:19 06/28/23
Method	Method completed	17:46:23 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By	:	Signal
Multiplier:	:	1.0000
Dilution:	:	1.0000

Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma curva de calibración n°2 con una concentración de 70.0 mg/L TCS/METOH

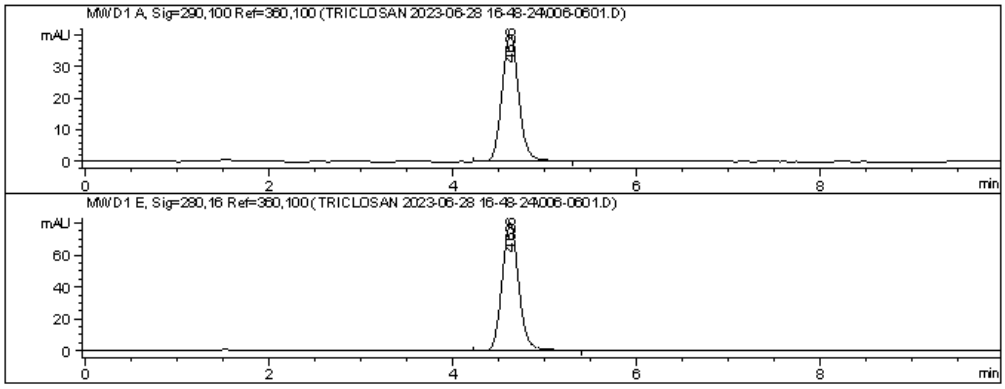
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\006-0601.D
Sample Name: TCS/MEOTH 100ppm

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 6
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 6
Injection Date	: 28/06/2023 05:47:41 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:57:47 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	17:57:49 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 006-0601.D	17:57:49 06/28/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis>t	17:57:54 06/28/23
Method	Method completed	17:57:58 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By	:	Signal
Multiplier:	:	1.0000
Dilution:	:	1.0000

Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma curva de calibración n°2 con una concentración de 100.0 mg/L TCS/METOH

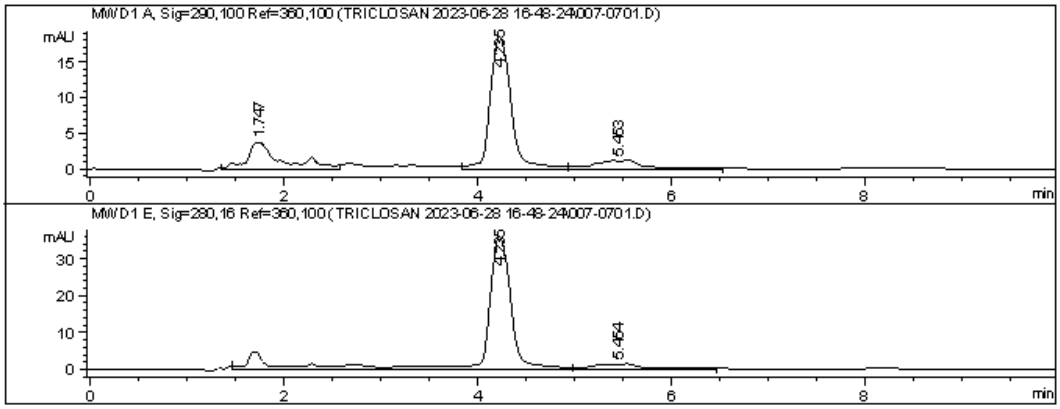
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\007-0701.D
Sample Name: ETANOL M1

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 7
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 7
Injection Date : 28/06/2023 05:59:15 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\TRICLOSAN.M
Last changed : 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Saving Method TRICLOSAN.M	18:09:22 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	18:09:24 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 007-0701.D	18:09:24 06/28/23
Method	Method completed	18:09:34 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	1.747	BB	0.3618	89.60566	3.70941	22.1170
2	4.235	BB	0.2564	274.07541	18.12323	67.6490

Cromatograma curva de calibración n°2 de la muestra de ETANOL M1

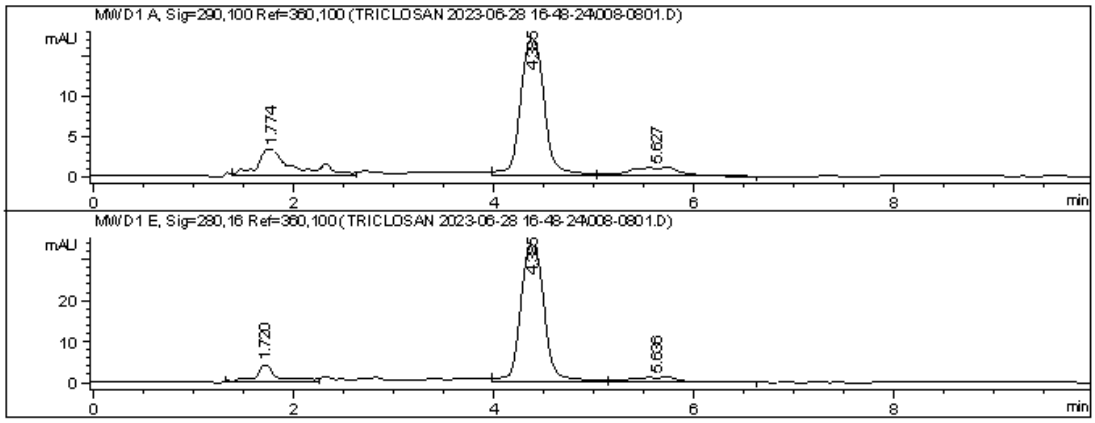
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\008-0801.D
Sample Name: ETOH M2

```
    ======================================================================
    Acq. Operator   : USAQ CROMATOGRAFIA             Seq. Line :   8
    Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)       Location : Vial 8
    Injection Date  : 28/06/2023 06:10:53 p.m.             Inj :   1
                                                    Inj Volume : 20.0 µl
    Acq. Method     : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\TRICLOSAN.M
    Last changed    : 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
    Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
    Last changed    : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

    Sample-related custom fields:

    Name                           |Value
    -------------------------------|--------------------------------------
    ======================================================================

    Method       Saving Method TRICLOSAN.M                      18:20:58 06/28/23
    Method       Saving Method RUN.M                            18:21:00 06/28/23
    CP Macro     Analyzing rawdata 008-0801.D                   18:21:00 06/28/23
    Method       Method completed                               18:21:09 06/28/23
    ======================================================================
```




```
    ======================================================================
                            Area Percent Report
    ======================================================================

    Sorted By             :      Signal
    Multiplier:                   :      1.0000
    Dilution:                     :      1.0000
    Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs


    Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

    Peak RetTime Type  Width     Area      Height     Area
      #   [min]        [min]   [mAU*s]     [mAU]       %
    ----|-------|----|-------|----------|----------|--------|
       1   1.774 BB    0.3893   84.64259    3.19298  20.6191
       2   4.385 BB    0.2763  285.70047   16.98147  69.5971
```


Cromatograma curva de calibración n°2 de la muestra de ETANOL M2

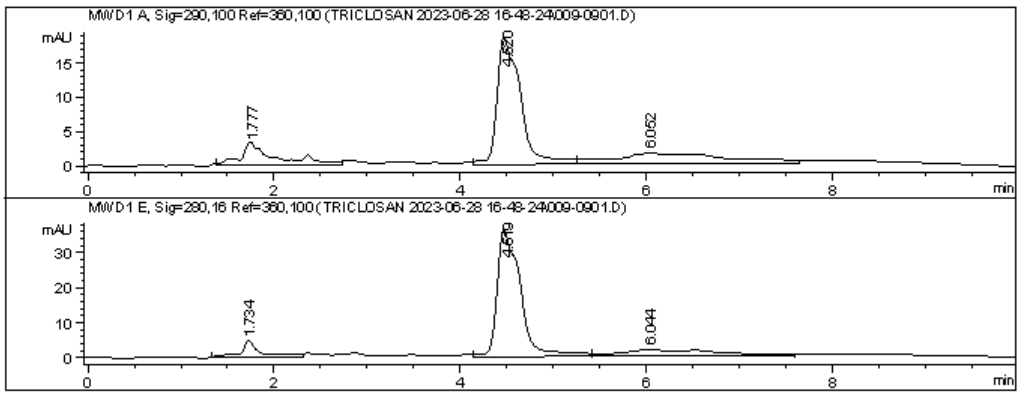
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\009-0901.D
Sample Name: ETOH M3

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 9
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 9
Injection Date : 28/06/2023 06:22:29 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 16-48-24\TRICLOSAN.M
Last changed : 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Saving Method TRICLOSAN.M	18:32:34 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	18:32:36 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 009-0901.D	18:32:36 06/28/23
Method	Method completed	18:32:45 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	1.777	BB	0.4309	85.70142	2.84936	15.7951
2	4.520	BB	0.3119	326.19525	17.62307	60.1189

Cromatograma curva de calibración n°2 de la muestra de ETANOL M3

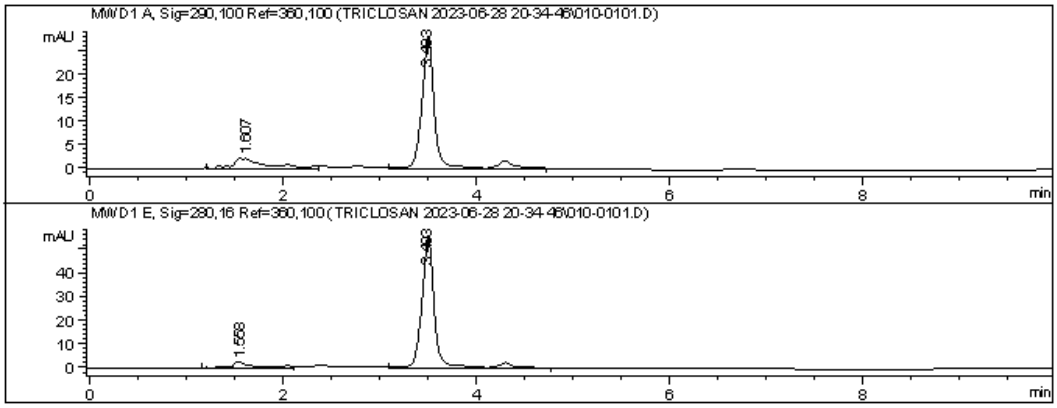
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\010-0101.D
Sample Name: ETOH M4

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 1
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 10
Injection Date : 28/06/2023 08:36:03 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\TRICLOSAN.M
Last changed : 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Saving Method TRICLOSAN.M	20:46:13 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	20:46:15 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 010-0101.D	20:46:16 06/28/23
Method	Method completed	20:46:25 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	1.607	BB	0.3932	58.29744	2.06599	17.1518
2	3.493	BB	0.2025	281.59406	26.82850	82.8482

Cromatograma curva de calibración n°2 de la muestra de ETANOL M4

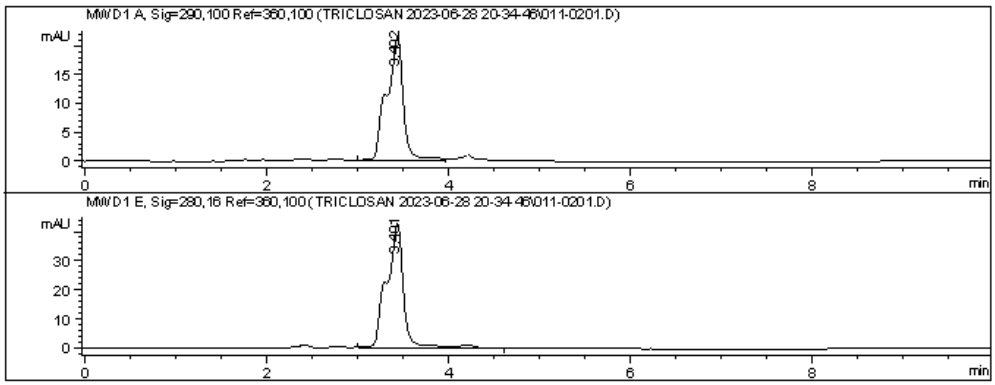
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\011-0201.D
Sample Name: ACN M1

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 2
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 11
Injection Date	: 28/06/2023 08:47:45 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Saving Method TRICLOSAN.M	20:57:55 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	20:57:58 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 011-0201.D	20:57:58 06/28/23
Method	Method completed	20:58:07 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	3.402	BB	0.2851	277.65405	15.79522	100.0000

Cromatograma curva de calibración n°2 de la muestra de ACN M1

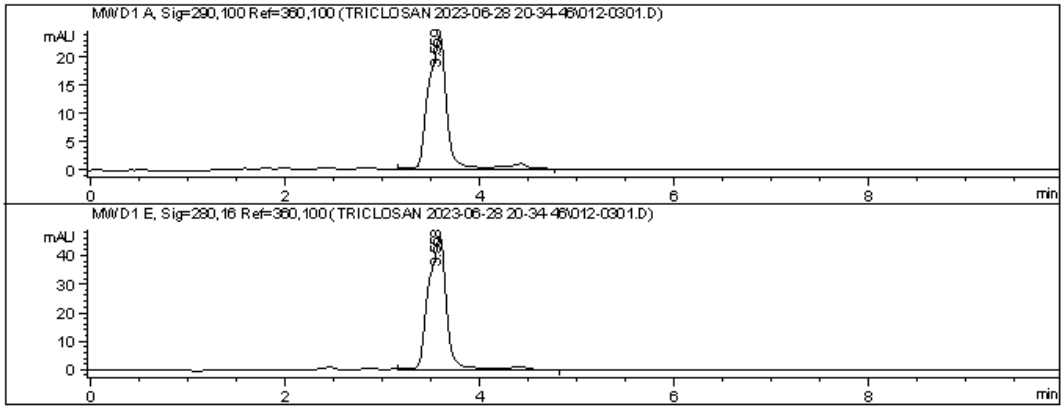
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\012-0301.D
Sample Name: ACN M2

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 3
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 12
Injection Date	: 28/06/2023 08:59:26 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Saving Method TRICLOSAN.M	21:09:30 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	21:09:32 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 012-0301.D	21:09:32 06/28/23
Method	Method completed	21:09:41 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	3.559	BB	0.2609	319.43829	20.59798	100.0000

Cromatograma curva de calibración n°2 de la muestra de ACN M2

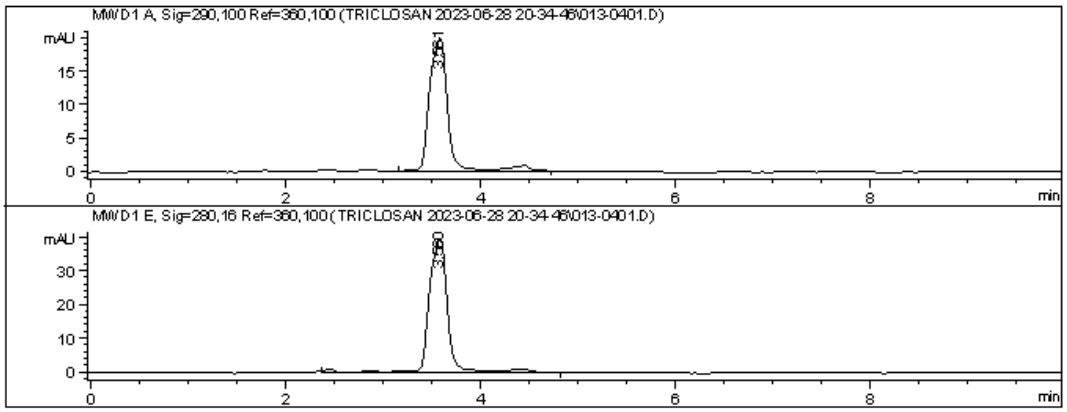
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\013-0401.D
Sample Name: ACN M3

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 4
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 13
Injection Date : 28/06/2023 09:10:59 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\TRICLOSAN.M
Last changed : 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Saving Method TRICLOSAN.M	21:21:05 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	21:21:08 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 013-0401.D	21:21:08 06/28/23
Method	Method completed	21:21:17 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	3.561	BB	0.2474	268.04514	18.68513	100.0000

Cromatograma curva de calibración n°2 de la muestra de ACN M3

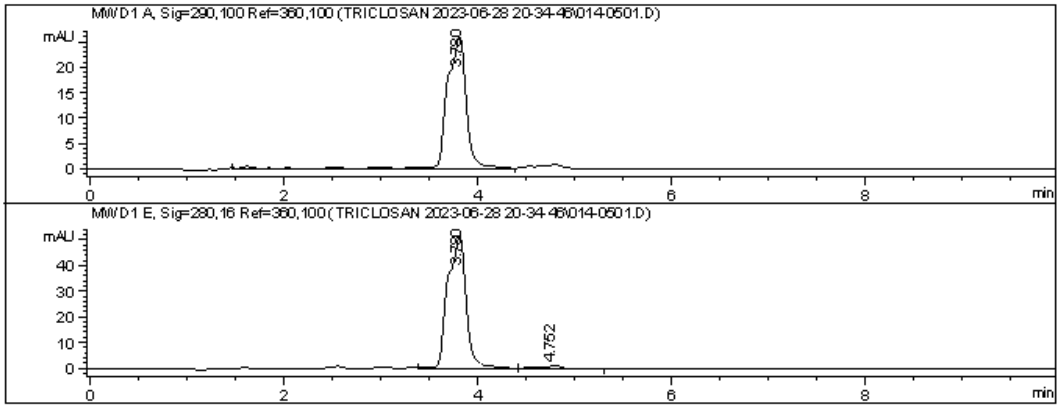
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\014-0501.D
Sample Name: ACN M4

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 5
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 14
Injection Date	: 28/06/2023 09:22:35 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-06-28 20-34-46\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 28/06/2023 04:48:22 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		

Sample-related custom fields:

Name	Value

Method	Saving Method TRICLOSAN.M	21:32:42 06/28/23
Method	Saving Method RUN.M	21:32:44 06/28/23
CP Macro	Analyzing rawdata 014-0501.D	21:32:44 06/28/23
Method	Method completed	21:32:53 06/28/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: MWD1 A, Sig=290,100 Ref=360,100

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	3.780	BB	0.2521	381.14798	25.83717	100.0000

Cromatograma para la curva de calibración n°2 de la muestra de ACN M4

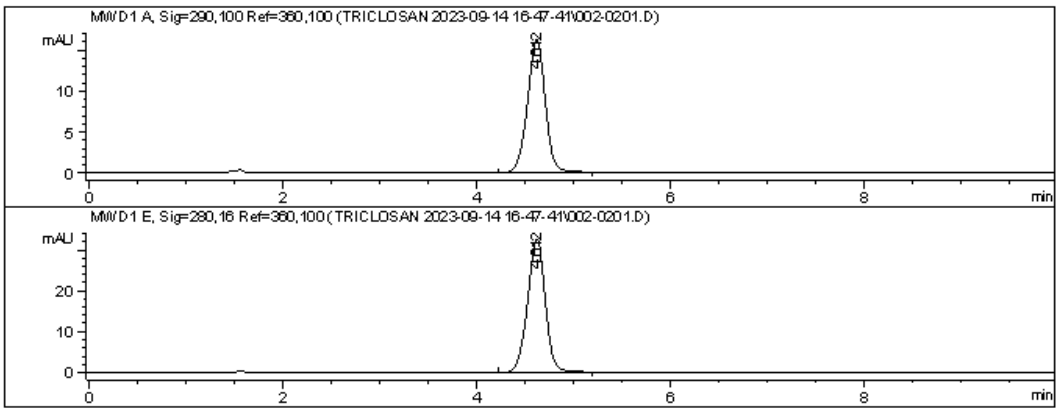
C. Tercera curva de calibración por el método de estándar externo de triclosán utilizando como blanco metanol

```
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\002-0201.D
Sample Name: 1 mg/L TCS/METOH
    ======================================================================
    Acq. Operator   : USAQ CROMATOGRAFIA             Seq. Line :   2
    Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)       Location : Vial 2
    Injection Date  : 14/09/2023 05:00:31 p.m.             Inj :   1
                                                     Inj Volume : 20.0 µl
    Acq. Method     : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\TRICLOSAN.M
    Last changed    : 14/09/2023 04:47:39 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
    Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
    Last changed    : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

    Sample-related custom fields:

    Name                          |Value
    ------------------------------|-------------------------------------
    ======================================================================

    PUMP         Pressure = 110.2 bar                          17:10:34 09/14/23
    Method       Instrument run completed                      17:10:36 09/14/23
    Method       Saving Method TRICLOSAN.M                     17:10:38 09/14/23
    Method       Saving Method RUN.M                           17:10:41 09/14/23
    CP Macro     Analyzing rawdata 002-0201.D                  17:10:41 09/14/23
    CP Macro     Recalibration not done: Level 1 doesn't exis> 17:10:46 09/14/23
                 t
    Method       Method completed                              17:10:50 09/14/23
    ======================================================================
```




```
    ======================================================================
                            Area Percent Report
    ======================================================================

    Sorted By             :      Signal
    Multiplier:                   :      1.0000
    Dilution:                     :      1.0000
    Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
```


Cromatograma para curva de calibración n°3 con una concentración de 1.0 mg/L TCS/METOH

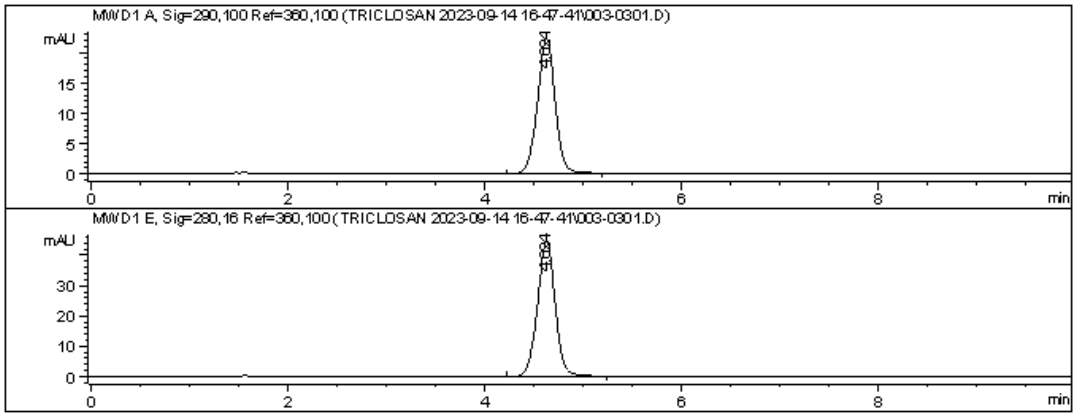
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\003-0301.D
Sample Name: 5 mg/L TCS/METOH

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 3
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 3
Injection Date : 14/09/2023 05:12:07 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\TRICLOSAN.M
Last changed : 14/09/2023 04:47:39 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

THM	Column temperature (right) = 25.3 °C	17:22:10 09/14/23
Method	Instrument run completed	17:22:12 09/14/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:22:13 09/14/23
Method	Saving Method RUN.M	17:22:16 09/14/23
CP Macro	Analyzing rawdata 003-0301.D	17:22:16 09/14/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis> t	17:22:21 09/14/23
Method	Method completed	17:22:25 09/14/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma para la curva de calibración n°3 con una concentración de 5.0 mg/L TCS/METOH

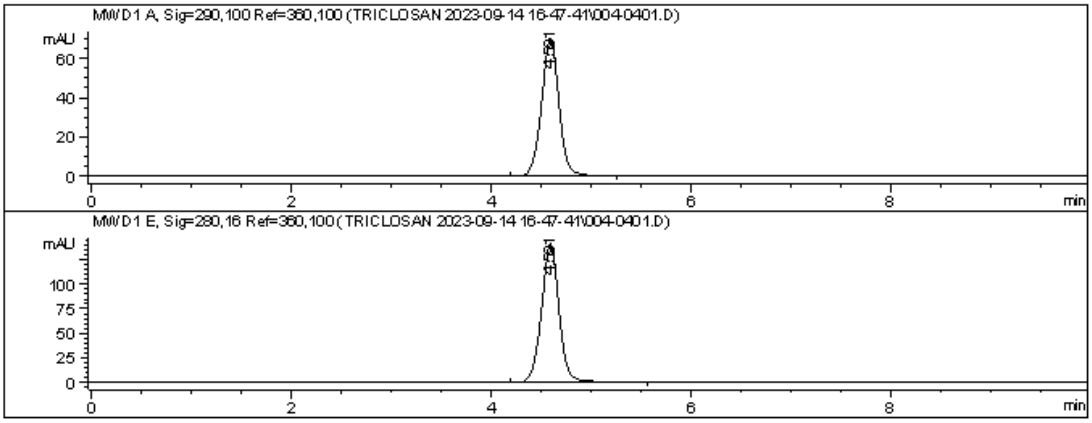
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\004-0401.D
Sample Name: 10mg/L TCS/METOH

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 4
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 4
Injection Date : 14/09/2023 05:23:43 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\TRICLOSAN.M
Last changed : 14/09/2023 04:47:39 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

PUMP	Pressure = 111.4 bar	17:33:45 09/14/23
Method	Instrument run completed	17:33:47 09/14/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:33:49 09/14/23
Method	Saving Method RUN.M	17:33:51 09/14/23
CP Macro	Analyzing rawdata 004-0401.D	17:33:51 09/14/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis>t	17:33:56 09/14/23
Method	Method completed	17:34:00 09/14/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma para la curva de calibración n°3 con una concentración de 10.0 mg/L TCS/METOH

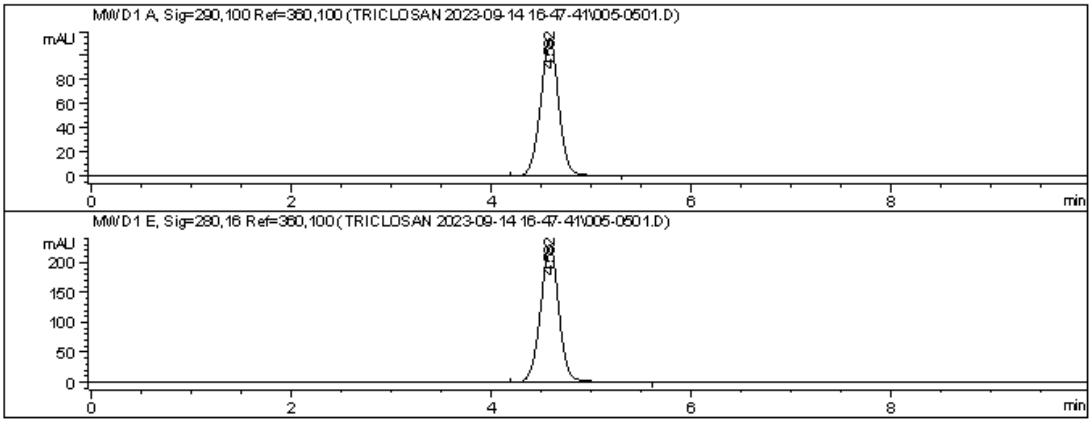
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\005-0501.D
Sample Name: 25 mg/L TCS/METOH

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 5
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 5
Injection Date : 14/09/2023 05:35:19 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\TRICLOSAN.M
Last changed : 14/09/2023 04:47:39 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

THM	Column temperature (right) = 25.2 °C	17:45:21 09/14/23
Method	Instrument run completed	17:45:24 09/14/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:45:25 09/14/23
Method	Saving Method RUN.M	17:45:27 09/14/23
CP Macro	Analyzing rawdata 005-0501.D	17:45:27 09/14/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis>t	17:45:32 09/14/23
Method	Method completed	17:45:36 09/14/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma para la curva de calibración n°3 con una concentración de 25.0 mg/L TCS/METOH

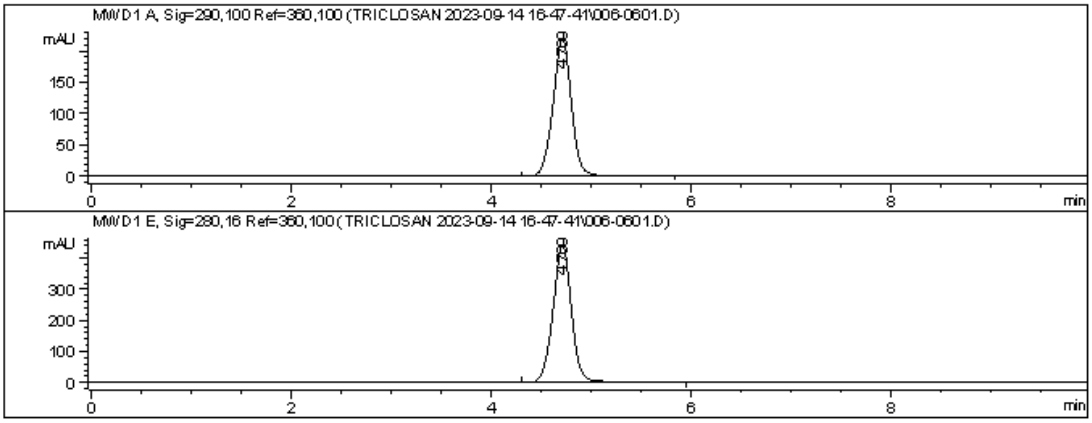
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\006-0601.D
Sample Name: 50 mg/L TCS/METOH

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 6
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 6
Injection Date : 14/09/2023 05:46:55 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-14 16-47-41\TRICLOSAN.M
Last changed : 14/09/2023 04:47:39 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 11:27:08 a.m. by USAQ CROMATOGRAFIA

Sample-related custom fields:

Name	Value

THM	Column temperature (right) = 25.2 °C	17:56:58 09/14/23
Method	Instrument run completed	17:57:00 09/14/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:57:01 09/14/23
Method	Saving Method RUN.M	17:57:03 09/14/23
CP Macro	Analyzing rawdata 006-0601.D	17:57:03 09/14/23
CP Macro	Recalibration not done: Level 1 doesn't exis> t	17:57:08 09/14/23
Method	Method completed	17:57:12 09/14/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma para la curva de calibración n°3 con una concentración de 50.0 mg/L TCS/METOH

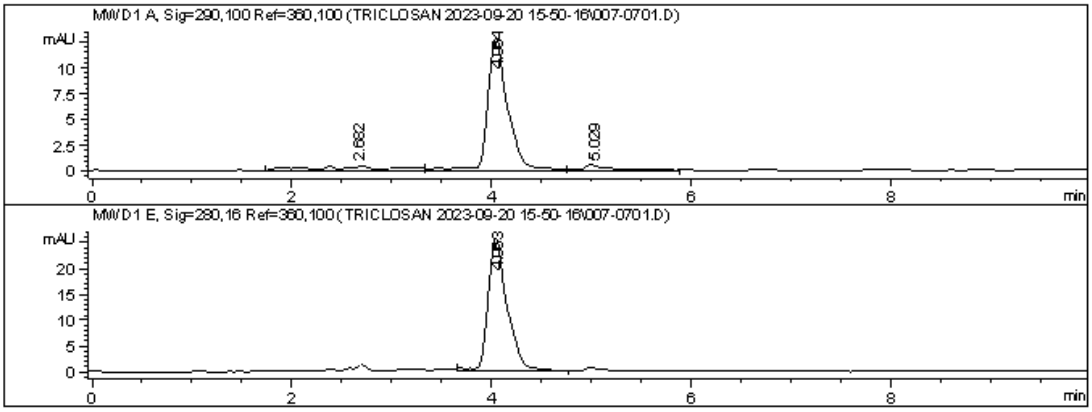
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-20 15-50-16\007-0701.D
Sample Name: METOH/DODECANOL

Acq. Operator : USAQ CROMATOGRAFIA Seq. Line : 7
Acq. Instrument : HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ) Location : Vial 7
Injection Date : 20/09/2023 05:01:18 p.m. Inj : 1
Inj Volume : 20.0 µl
Acq. Method : C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-20 15-50-16\TRICLOSAN.M
Last changed : 18/09/2023 05:03:23 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M
Last changed : 15/04/2025 12:01:08 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA
(modified after loading)

Sample-related custom fields:

Name	Value

THM	Column temperature (right) = 25.6 °C	17:11:20 09/20/23
PUMP	Pressure = 106.9 bar	17:11:20 09/20/23
Method	Instrument run completed	17:11:22 09/20/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:11:23 09/20/23
Method	Saving Method RUN.M	17:11:25 09/20/23
CP Macro	Analyzing rawdata 007-0701.D	17:11:26 09/20/23
Method	Method completed	17:11:34 09/20/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma para la curva de calibración n°3 de la muestra METOH/DODECANOL

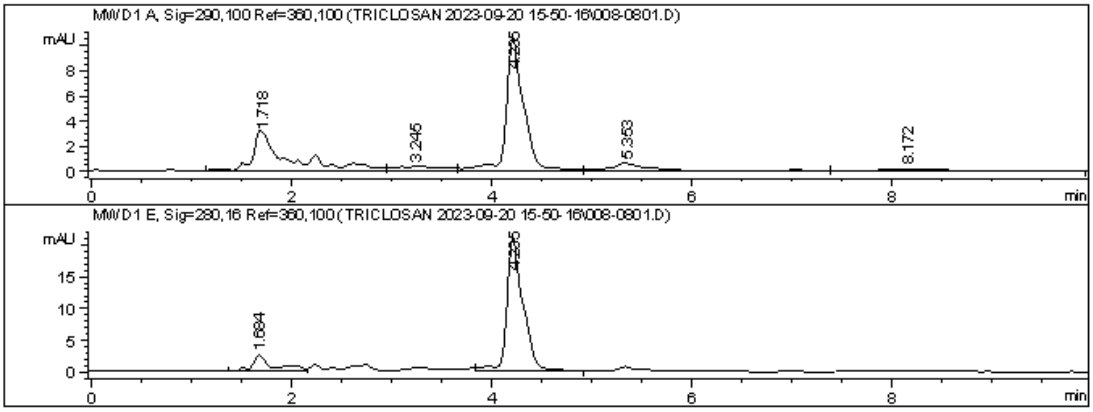
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-20 15-50-16\008-0801.D
Sample Name: ETOH/DODECANOL

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 8
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 8
Injection Date	: 20/09/2023 05:12:55 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-20 15-50-16\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 18/09/2023 05:03:23 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 12:01:08 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA (modified after loading)		

Sample-related custom fields:

Name	Value

THM	Column temperature (right) = 25.8 °C	17:22:57 09/20/23
PUMP	Pressure = 109.3 bar	17:22:57 09/20/23
Method	Instrument run completed	17:22:59 09/20/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:23:01 09/20/23
Method	Saving Method RUN.M	17:23:03 09/20/23
CP Macro	Analyzing rawdata 008-0801.D	17:23:03 09/20/23
Method	Method completed	17:23:12 09/20/23



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma para la curva de calibración n°3 de la muestra ETOH/DODECANOL

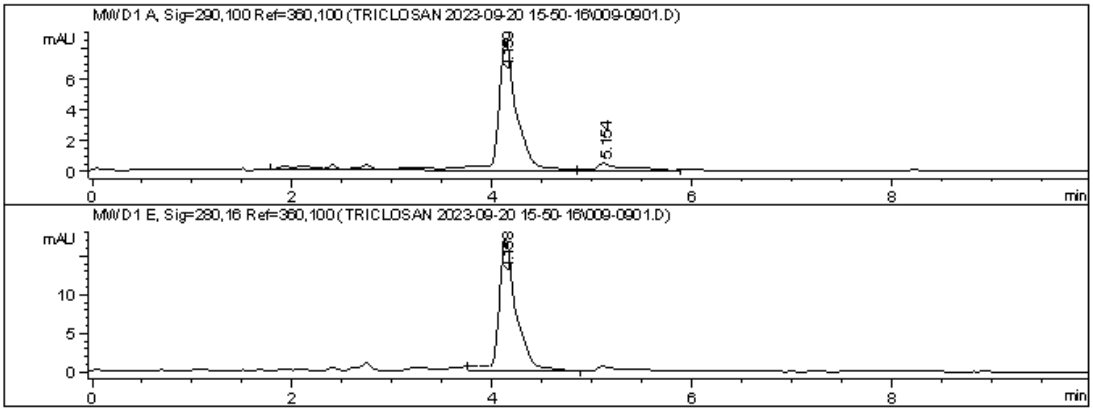
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-20 15-50-16\009-0901.D
Sample Name: ACN/DODECANOL

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 9
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 9
Injection Date	: 20/09/2023 05:24:31 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-20 15-50-16\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 18/09/2023 05:03:23 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 12:01:08 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA (modified after loading)		

Sample-related custom fields:

Name	Value

THM	Column temperature (right) = 25.8 °C	17:34:34 09/20/23
PUMP	Pressure = 108.4 bar	17:34:34 09/20/23
Method	Instrument run completed	17:34:36 09/20/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:34:37 09/20/23
Method	Saving Method RUN.M	17:34:39 09/20/23
CP Macro	Analyzing rawdata 009-0901.D	17:34:39 09/20/23
Method	Method completed	17:34:48 09/20/23



Area Percent Report

Sorted By	:	Signal
Multiplier:	:	1.0000
Dilution:	:	1.0000

Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma para la curva de calibración n°3 de la muestra ACN/DODECANOL

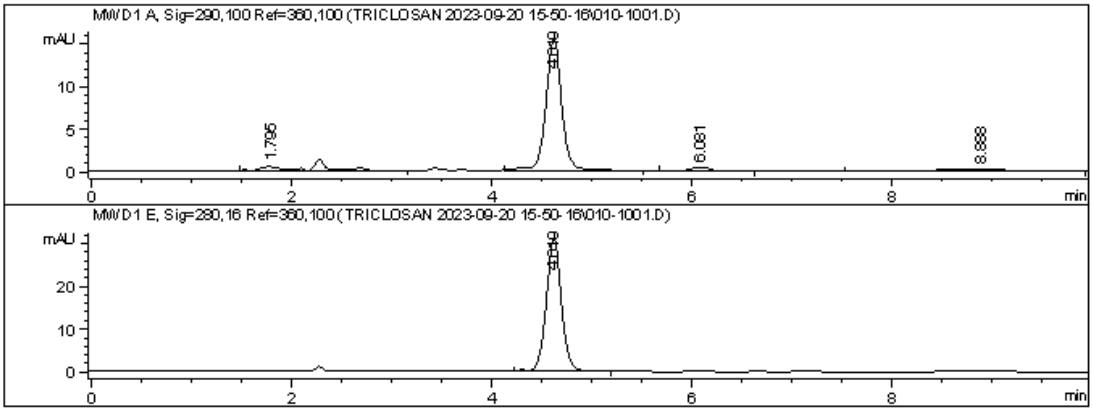
Data File C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-20 15-50-16\010-1001.D
Sample Name: ETOH/ISO-OCTANO

Acq. Operator	: USAQ CROMATOGRAFIA	Seq. Line	: 10
Acq. Instrument	: HPLC 1100 MWD (HPLC-USAQ)	Location	: Vial 10
Injection Date	: 20/09/2023 05:36:09 p.m.	Inj	: 1
		Inj Volume	: 20.0 µl
Acq. Method	: C:\CHEM32\1\DATA\TRICLOSAN 2023-09-20 15-50-16\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 18/09/2023 05:03:23 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA		
Analysis Method	: C:\CHEM32\1\METHODS\TRICLOSAN.M		
Last changed	: 15/04/2025 12:01:08 p.m. by USAQ CROMATOGRAFIA (modified after loading)		

Sample-related custom fields:

Name	Value

THM	Column temperature (right) = 26.0 °C	17:46:11 09/20/23
PUMP	Pressure = 107.8 bar	17:46:11 09/20/23
Method	Instrument run completed	17:46:13 09/20/23
Method	Saving Method TRICLOSAN.M	17:46:15 09/20/23
Method	Saving Method RUN.M	17:46:17 09/20/23
CP Macro	Analyzing rawdata 010-1001.D	17:46:17 09/20/23
Method	Method completed	17:46:26 09/20/23



Area Percent Report

Sorted By	:	Signal
Multiplier:	:	1.0000
Dilution:	:	1.0000

Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Cromatograma para la curva de calibración n°3 de la muestra ETOH/ISO-OCTANO