

Degut a la gran aplicació de la SPE, en els darrers anys han anat sorgint diversos tipus de sorbents pels diferents analits. Mentre que els analits apolars poden ser extrets fàcilment amb les sílices enllaçades, es recomana l'ús de sorbents polimèrics, i en alguns casos de sorbents de carbó, per a l'extracció dels compostos més polars tot i que els volums de ruptura en aquests sorbents són bastant baixos [1,2]. Per tal de solventar aquesta limitació recentment s'han desenvolupat diferents tipus de reïnes polimèriques, com ara els polímers altament entrecruats i els químicament modificats [3-5].

Davant el reduït nombre de sorbents químicament modificats existents, l'objectiu principal d'aquest treball ha estat el desenvolupament d'un nou sorbent químicament funcionalitzat amb un grup acetil. La síntesi d'aquest sorbent s'ha basat en la prèviament descrita per *Sun et al.* [5] i ha consistit en la introducció d'un grup acetil en l'estructura d'una reïna de P-DVB, l'Amberchrom GC-161m, mitjançant una reacció de Friedel-Crafts. L'estructura d'aquest nou sorbent modificat pot observar-se en la Figura 1.

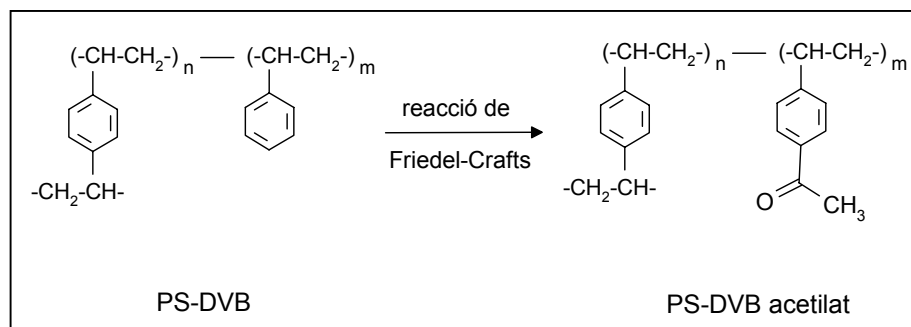


Fig. 1. Modificació química de la reïna de PS-DVB Amberchrom GC-161m amb un grup acetil
 Aquest nou polímer ha estat caracteritzat mitjançant l'espectroscòpia RMN de ^1H , l'espectroscòpia infraroja i l'anàlisi elemental amb la qual s'ha pogut establir el grau de modificació que ha estat d'un 30%.

En aquest estudi s'ha empaquetat el sorbent modificat en una precolumna (10 x 3 mm D.I.) i s'ha utilitzat per a la SPE acoblada *on-line* a la cromatografia de líquids amb una columna analítica de C₁₈ i detecció ultraviolada. Inicialment s'ha emprat en l'extracció d'un grup de vuit compostos fenòlics d'elevada polaritat i posteriorment en la dels onze fenols regulats per la US EPA. A més, aquest sorbent s'ha comparat amb altres sorbents polimèrics comercials d'estirè-divinilbenzè de diferents propietats físiques en l'extracció dels analits esmentats. Aquests sorbents han estat el PLRP-S (100 Å, 20 µm) i els polímers altament entrecreuats Amberchrom GC-161m (la reina que hem escollit per a modificar químicament), l'Envi-Chrom P i el LiChrolut EN.

Per tal d'evitar l'eixamplament dels pics cromatogràfics, com a conseqüència de l'acoblament *on-line* de la precolumna que conté un sorbent amb elevada capacitat de retenció pels analits i la columna analítica de C₁₈, l'elució dels analits s'ha dut a terme mitjançant el disseny desenvolupat per *Pocurull et al* [6]. És a dir, els analits han estat eluïts en contracorrent utilitzant únicament el solvent orgànic que compon la fase mòbil.

Per al desenvolupament d'aquest treball s'ha optimitzat inicialment la separació cromatogràfica dels vuit compostos de major polaritat inclosos en l'estudi. A continuació, per tal de dur a terme la comparació entre tots els sorbents, s'han enregistrat les corbes de ruptura del fenol pels diferents sorbents.

El següent pas ha estat l'avaluació del nou sorbent modificat en l'extracció d'aquests analits polars i la comparació d'aquests resultats amb els obtinguts emprant els altres sorbents comercials. Com a conseqüència dels resultats satisfactoris obtinguts amb el sorbent acetilat en aquest estudi comparatiu s'ha decidit aplicar-lo, també comparativament amb els altres sorbents, en l'extracció dels onze compostos fenòlics regulats per la US EPA.

Amb la finalitat d'avaluar l'eficàcia del sorbent modificat en l'anàlisi de mostres reals, en el següent pas s'ha procedit a analitzar diferents volums d'aigua dels riu Francolí fortificada amb $4 \mu\text{g l}^{-1}$ dels onze compostos fenòlics. Un cop optimitzat el volum de mostra, 25 ml, s'ha avaluat la capacitat del nou sorbent preconcentrant aquest volum fortificat a diferents concentracions dels analits, i s'han determinat la linealitat i els límits de detecció del mètode per aquests compostos en aquesta matriu.

Per tal de disminuir el límit de detecció del fenol, a continuació s'ha connectat un detector de fluorescència en sèrie al detector UV. Aquest detector aporta l'avantatge que permet obtenir cromatogrames més nets en què no apareix la banda inicial corresponent a les substàncies húmiques presents en aquestes mostres.

Finalment, amb l'objectiu de comparar la selectivitat del nou sorbent funcionalitzat amb els altres sorbents emprats en aquest estudi s'ha dut a terme l'anàlisi de mostres d'aigua del riu Ebre que contenen addicions estàndard dels compostos fenòlics regulats per la US EPA.

Els estudis que s'han realitzat en aquest treball han estat publicats a la revista *Journal of Chromatography A*, 771 (1997) 55-61, una còpia dels quals es mostra a continuació.

Bibliografia

- 1 J. Schülein, D. Martens, P. Spitzauer, A. Kettrup, *Fresenius J. Anal. Chem.*, 352 (1995) 565.
- 2 P. Mussmann, K. Levsen, W. Radeck, *Fresenius J. Anal. Chem.*, 348 (1994) 654.
- 3 S. Guenu, M-C. Hennion, *J. Chromatogr. A*, 737 (1996) 15.

- 4 M. Galià, F. Svec, J.M.J. Fréchet, *J. Polym. Sci. Polym. Chem.*, 32 (1994) 2169.
- 5 J.J. Sun, J.S. Fritz, *J. Chromatogr.*, 509 (1992) 197.
- 6 E. Pocurull, R.M. Marcé, F. Borrull, *Chromatographia*, 41 (1995) 521.