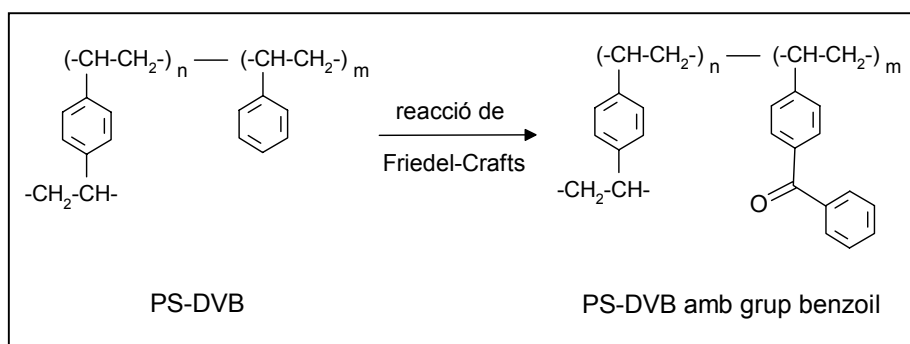


Tal i com s'ha demostrat en el treball anterior, la introducció d'un grup polar en l'estructura del PS-DVB ha permès obtenir unes millors recuperacions pels analits més hidrofílics que en el cas de la reïna polimèrica sense modificar. Per aquest motiu, el propòsit d'aquest segon treball ha estat el desenvolupament d'un altre sorbent polimèric químicament modificat que encara permeti millorar més la recuperació dels analits més polars.

Aquesta funcionalització ha consistit en la introducció d'un grup benzoil, i s'ha basat en una reacció de Friedel-Crafts tal i com en el primer treball i en els estudis realitzats per *Fritz et al.* [1-2] per a obtenir un polímer acetilat. En la bibliografia no s'ha trobat cap exemple de SPE emprant un sorbent químicament modificat amb aquest grup funcional. Per l'estructura d'aquest grup benzoil, que pot observar-se en la Figura 2, és d'esperar que la seva introducció en la reïna de PS-DVB provoqui l'aparició d'interaccions polars amb els analits, tal i com ja passava amb la introducció del grup acetil en el treball anterior, però també un augment del nombre d'interaccions del tipus  $\pi-\pi$  respecte de la reïna polimèrica de partida que ha estat l'Amberchrom GC-161m, la mateixa que en el treball previ.



**Fig. 2.** Modificació química de la reïna de PS-DVB Amberchrom GC-161m amb un grup benzoil

S'ha provat de realitzar la modificació durant 3, 5, 7 i 24 hores per tal d'avaluar el temps de reacció. Un cop sintetitzat aquest nou polímer s'ha procedit a caracteritzar-lo per anàlisi elemental que ha demostrat que el temps de reacció no influeix en el grau de modificació que ha estat d'un 60%, aproximadament, en tots els casos. També ha estat caracteritzat per espectroscòpia infraroja indicant la presència del grup carbonil en aquest sorbent.

En aquest estudi el sorbent modificat també s'ha empaquetat 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 C<sub>18</sub> i detecció ultraviolada. Per tal d'evitar l'eixamplament dels pics cromatogràfics degut a aquest acoblament també s'ha emprat el sistema presentat per *Pocurull et al.* [3,4], és a dir els analits s'han eluït en contracorrent emprant únicament el solvent orgànic de la fase mòbil, metanol en aquesta ocasió. Els analits escollits per avaluar aquest sorbent han estat un grup de 4 compostos fenòlics i una sèrie de 6 plaguicides de diversa polaritat entre els quals es troben triazines, carbamats, el MCPA i la bentazona, tots ells regulats per la US EPA.

Igual que en el treball anterior, aquest nou sorbent polimèric funcionalitzat ha estat comparat amb altres reïnes de PS-DVB comercials en la SPE d'aquests analits. Aquests polímers comercials han estat, en ordre creixent de grau d'entrecruament, el PLRP-S (100 Å, 20 µm), l'Envi-Chrom P i el LiChrolut EN i que són recomanats per l'anàlisi dels compostos elegits per a realitzar aquest estudi.

El nou sorbent s'ha comparat amb els altres sorbents inclosos en aquest estudi en la determinació de la corba de ruptura del fenol. El fenol és el compost fenòlic més polar dels estudiats en aquest treball i presenta un volum de ruptura molt baix per a la majoria de sorbents comercials convencionals [3-6].

A continuació, s'ha determinat el volum de ruptura de tots els analits amb el nou sorbent sintetitzat mitjançant les recuperacions obtingudes en la SPE de diferents volums de dissolucions estàndard que contenen aquests compostos. Un cop trobat el volum màxim de mostra a preconcentrar sense que hi hagi pèrdues quantitatives de cap dels analits, s'ha procedit a fer un estudi comparatiu amb els altres sorbents polimèrics en l'extracció d'aquest volum de mostra. També s'ha fet un estudi addicional en què el sorbent funcionalitzat s'ha comparat amb el PLRP-S, el sorbent amb inferior grau d'entrecruament de tots els estudiats i àmpliament emprat en l'anàlisi de contaminants orgànics en aigua, en l'extracció d'un gran volum de mostra.

El mètode d'anàlisi desenvolupat amb el nou sorbent funcionalitzat s'ha aplicat a l'anàlisi d'aigua del riu Ebre. Així, s'han determinat la linealitat i els límits de detecció d'aquests analits en aquesta matriu. Seguidament, amb la finalitat de comparar la selectivitat i les recuperacions proporcionades per tots els sorbents polimèrics esmentats en l'anàlisi de mostres reals, s'han analitzat mostres d'aigua del riu Ebre fortificades i extretes amb les diferents reïnes.

Finalment, s'han preconcentrat mostres procedents del riu Ebre i de l'aixeta amb el sorbent amb grup benzoil i en els cromatogrames corresponents a l'aigua de riu han aparegut diferents pics en el mateix temps de retenció que alguns dels compostos inclosos en aquest treball.

Els resultats obtinguts en aquests estudis poden trobar-se a continuació, ja que s'adjunta una còpia del treball publicat a la revista *The Analyst*, 122 (1997) 425-428.

## **Bibliografia**

- 1 J.S. Fritz, P.J. Dumont, L.W. Schimdt, *J. Chromatogr. A*, 691 (1995) 133.

- 2 J.J. Sun, J.S. Fritz, *J. Chromatogr.*, 590 (1992) 197.
- 3 E. Pocurull, R.M. Marcé, F. Borrull, *Chromatographia*, 41 (1995) 521.
- 4 E. Pocurull, R.M. Marcé, F. Borrull, *J. Chromatogr. A*, 738 (1996) 1.
- 5 D. Puig, D. Barceló, *Anal. Chim. Acta*, 311 (1995) 63.
- 6 A. Chudziak, M. Trojanowicz, *Chem. Anal. (Warsaw)*, 40 (1995) 39.
- 7 N. Masqué, R.M. Marcé, F. Borrull, *Trends Anal. Chem.*, 17 (1998) 384.