

Com a conseqüència dels resultats obtinguts en els estudis previs, en què s'ha observat un augment de la retenció dels analits polars quan s'introdueix un grup hidrofílic a la reïna, en aquest treball s'ha introduït a l'Amberchrom GC-161m un nou grup funcional més polar que els introduïts prèviament. L'objectiu d'introduir aquest nou grup funcional més hidrofílic ha estat obtenir un sorbent que permeti extreure els analits més polars de mostres d'aigua amb millors recuperacions a les obtingudes fins ara amb un sorbent químicament modificat.

Per aconseguir augmentar la polaritat del grup benzoil, introduït en el treball anterior, el grup amb què es funcionalitza la reïna en aquest treball és el grup *o*-carboxibenzoil que conté un grup carboxílic addicional. L'estructura d'aquest nou polímer químicament modificat es mostra en la Figura 3. L'existència d'aquest grup carboxílic fa possible més interaccions polars amb els analits que en el cas del polímer modificat del treball anterior. També presenta l'avantatge de més interaccions del tipus π - π respecte al sorbent acetilat del primer treball, avantatge que comparteix amb el sorbent funcionalitzat amb el grup benzoil. Conseqüentment, és objectiu d'aquest treball comprovar el possible augment d'efectivitat d'aquest nou sorbent en l'extracció de compostos orgànics polars.

Els compostos model escollits per a avaluar-lo han estat els mateixos que s'han utilitzat en el treball anterior. Aquest grup d'analits està format per 4 compostos fenòlics i 6 plaguicides de polaritat variada i freqüentment trobats en mostres reals.

Aquest sorbent ha estat modificat químicament gràcies a una substitució electrofílica amb anhídrid ftàlic, és a dir, mitjançant també una reacció de Friedel-Crafts. Aquesta modificació química i posterior aplicació del sorbent resultant a l'extracció de contaminants en aigües no ha estat prèviament descrita en la bibliografia. La caracterització del polímer s'ha dut a terme per mitjà de l'espectroscòpia infraroja i anàlisi mediambiental.

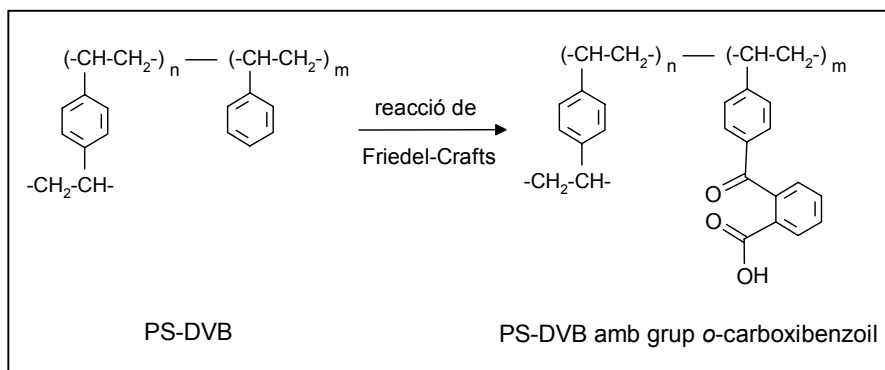


Fig. 3. Modificació química de la reïna de PS-DVB Amberchrom GC-161m amb un grup *o*-carboxibenzoil

S'han investigat dues temperatures de reacció, temperatura ambient i 40°C, però l'anàlisi elemental ha mostrat que aquesta no influeix en el grau de funcionalització ja que en ambdós casos ha estat del 11%.

En aquest treball, igual que en els dos treballs anteriors, el sorbent és emprat en la SPE acoblada *on-line* a la cromatografia de líquids i detecció ultraviolada i els analits són desorbitats mitjançant l'elució en contracorrent emprant metanol, el component orgànic de la fase mòbil [1].

Un cop sintetitzat i caracteritzat el sorbent s'ha procedit a determinar la corba de ruptura pel fenol amb aquest sorbent. Aquesta s'ha establert igual que en els treballs anteriors, seguint el procés descrit per *Hennion et al.* [2]. D'aquesta manera es pot comparar aquest nou sorbent amb els comercials i els químicament modificats emprats prèviament. Un cop feta aquesta determinació s'ha passat a l'avaluació del nou sorbent amb el grup *o*-carboxibenzoil com a sorbent en la SPE dels analits escollits.

Inicialment s'han preconcentrat diferents volums de solucions estàndard i s'han calculat les corresponents recuperacions per cada analit. Com que els analits

emprats en aquest treball són els mateixos que els del treball anterior, aquestes recuperacions també s'han pogut comparar amb les obtingudes amb els sorbents polimèrics comercials usats en el apartat previ.

Seguidament, el polímer ha estat avaluat en l'extracció dels ja esmentats analits en mostres d'aigua de l'aixeta i del riu Ebre. Un cop elegit el volum màxim de mostra a preconcentrar, s'ha procedit a extraure mostres d'aigua de l'aixeta fortificades. Malauradament, alguns dels pics dels analits no han aparegut en els cromatogrames degut a la possible reacció dels analits amb el clor residual d'aquesta matriu, per exemple els fenols es transformen en clorofenols [3]. Aleshores, s'ha addicionat un determinat volum d'una solució de Na_2SO_3 per tal d'evitar aquesta reacció. Com a conseqüència d'aquesta addició la banda inicial corresponent a les substàncies húmiques presents en aquesta matriu, que habitualment dificulta la determinació dels analits més polars emprant la detecció ultraviolada, ha disminuït considerablement afavorint la determinació de l'oxamil, el metomil i el fenol que són els analits que presenten temps de retenció més baixos. Davant aquests resultats satisfactoris també s'ha addicionat sulfit sòdic a les mostres d'aigua del riu Ebre i s'ha obtingut el mateix efecte. Aleshores, el següent pas en aquest treball ha estat l'optimització del volum de dissolució de sulfit per tal de reduir al màxim la banda inicial dels àcids húmics i fúlvics en les dues matrius i la determinació de les recuperacions per tots els analits en l'extracció amb el nou sorbent funcionalitzat. Tampoc s'ha trobat en la bibliografia cap estudi que demostrï aquest efecte del sulfit sòdic sobre les substàncies húmiques. El pròxim apartat d'aquest capítol profunditza sobre aquest important efecte.

Finalment, un cop optimitzada l'addició de sulfit sòdic per a l'anàlisi d'aquestes mostres reals, s'ha establert el mètode per a determinar aquests analits en aigua del riu Ebre. S'ha observat la possible presència d'alguns analits en aquesta mostra i s'ha confirmat que conté simazina per espectrometria de masses mitjançant el mètode desenvolupat per *Aguilar et al.* [4].

Els diferents resultats d'aquest treball han estat publicats a la revista Journal of Chromatography A, 803 (1998) 147-155 i se n'adjunta la corresponent còpia a continuació.

Bibliografia

- 1 E. Pocurull, R.M. Marcé, F. Borrull, Chromatographia, 41 (1995) 521.
- 2 M-C. Hennion, P. Scribe in D. Barceló (ed.), *Environmental Analysis: Techniques, Applications and Quality Assurance*. Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry, Vol. 13, Elsevier, Amsterdam, 1993.
- 3 J. Ruana, I. Urbe, F. Borrull, J. Chromatogr. A, 655 (1993) 217.
- 4 C. Aguilar, F. Borrull, R.M. Marcé, J. Chromatogr. A, 771 (1997) 221.