

En els capítols anteriors d'aquesta Part Experimental s'ha observat que els polímers altament entrecreuat i els químicament modificats són els sorbents que han proporcionat unes recuperacions més elevades en l'extracció en fase sòlida dels analits més polars. Aquests resultats es deuen bàsicament a l'elevat grau entrecreuant dels primers que proporciona una major àrea superficial, i a la superfície hidrofílica dels últims [1-4].

Tal com ja s'ha esmentat en el Capítol II, les propietats físiques que caracteritzen cada sorbent exerceixen un important efecte sobre la retenció dels analits. A més, el grau baix de funcionalització en les modificacions presentades prèviament s'ha assignat a la difícil accessibilitat dels reactius dins l'estructura del polímer. Aquests fets han promogut la realització del present treball, en què s'avalua l'efecte de les diferents propietats físiques de les reïnes sobre les recuperacions en el procés de SPE i sobre el grau de funcionalització en la modificació química de les mateixes.

Per tal d'assolir els objectius plantejats s'han escollit tres reïnes comercials de PS-DVB amb diferents propietats físiques (àrea superficial, diàmetre de porus i diàmetre de partícula) que han estat, per ordre creixent d'àrea superficial, el PLRP-S 30, el PLRP-S 10 i l'Amberchrom GC-161m. Aquestes reïnes s'han modificat químicament introduint el grup *o*-carboxibenzoil, segons el mètode emprat en el treball de l'apartat III.3, ja que és el grup que ha proporcionat un menor grau de modificació. Per tant, un dels objectius d'aquest treball consisteix en intentar augmentar el grau de funcionalització en la modificació amb aquest grup variant les propietats físiques de la reina de partida.

Els tres sorbents comercials i els tres respectius funcionalitzats s'han empaquetat en precolumnes de 10x3 mm de diàmetre intern i s'han comparat en la SPE acoblada *on-line* a la cromatografia de líquids amb detecció ultraviolada. Els analits en aquest cas han estat eluïts en el mateix sentit de la

càrrega de la mostra, ja que s'ha observat que no es produïa eixamplament dels pics, emprant únicament el solvent orgànic (acetonitril) de la fase mòbil.

Els analits seleccionats per a avaluar aquests sorbents han estat una mescla de compostos fenòlics, plaguicides i metabòlits d'aquests últims d'elevada polaritat. En aquest treball també s'ha addicionat  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  a les mostres d'aigua del riu Ebre per la seva capacitat de disminuir la banda inicial corresponent a les substàncies húmiques.

Per a iniciar aquest treball s'ha dut a terme la modificació de les tres reïnes mitjançant una reacció de Friedel-Crafts. Aquestes modificacions s'han realitzat a tres temperatures diferents per a avaluar l'efecte de la temperatura sobre l'extensió de la reacció. Un cop modificats, els tres polímers s'han caracteritzat per espectroscòpia infraroja i anàlisi elemental. D'aquesta manera s'ha pogut comprovar si existeix una influència de les diferents propietats físiques de les reïnes sobre el grau de funcionalització en aquesta modificació.

Un cop optimitzada la separació cromatogràfica dels analits, el següent pas ha consistit en la determinació dels volums de ruptura i les recuperacions de tots els analits amb tots els sorbents en preconcentrar diferents volums de dissolucions estàndard [5]. Aquest estudi ha permès avaluar l'efecte de les diferents propietats físiques d'aquests sorbents en el procés d'extracció. Observant aquests resultats es pot determinar quin sorbent és el més adequat per a l'extracció d'analits d'elevada polaritat, i així identificar quina és la propietat física que té més influència en la capacitat de retenció d'un sorbent.

Fent una comparació de les recuperacions obtingudes amb els sorbents comercials, no funcionalitzats, i les obtingudes amb les corresponents reïnes modificades es pot observar la influència de la modificació química amb un grup hidrofílic sobre la retenció d'analits d'elevada polaritat, tal i com ja s'havia demostrat en treballs previs d'aquesta Tesi Doctoral.

Un cop trobat el sorbent més adequat dels sis estudiats per extreure aquests compostos polars, així com el volum màxim de mostra a preconcentrar sense que es produeixi elució dels analits, s'ha passat a validar el mètode analitzant mostres d'aigua del riu Ebre.

Els estudis realitzats, així com els resultats obtinguts, s'han recollit en el treball publicat en la revista *Journal of High Resolution Chromatography*, 22 (1999) 547-552, del qual s'inclou una còpia a continuació.

### **Bibliografia**

- 1 M. Galià, F. Svec, J.M.J. Frechet, *J. Polym. Sci. Polym. Chem.*, 32 (1994) 2169.
- 2 I. Ferrer, D. Barceló, *Trends Anal. Chem.*, 18 (1999) 180.
- 3 M-C. Hennion, *J. Chromatogr. A*, 856 (1999) 3.
- 4 N. Masqué, R.M. Marcé, F. Borrull, *Trends Anal. Chem.*, 17 (1998) 384.
- 5 V. Pichon, M-C. Hennion, *J. Chromatogr. A*, 665 (1994) 269.