

**C**romatografía y

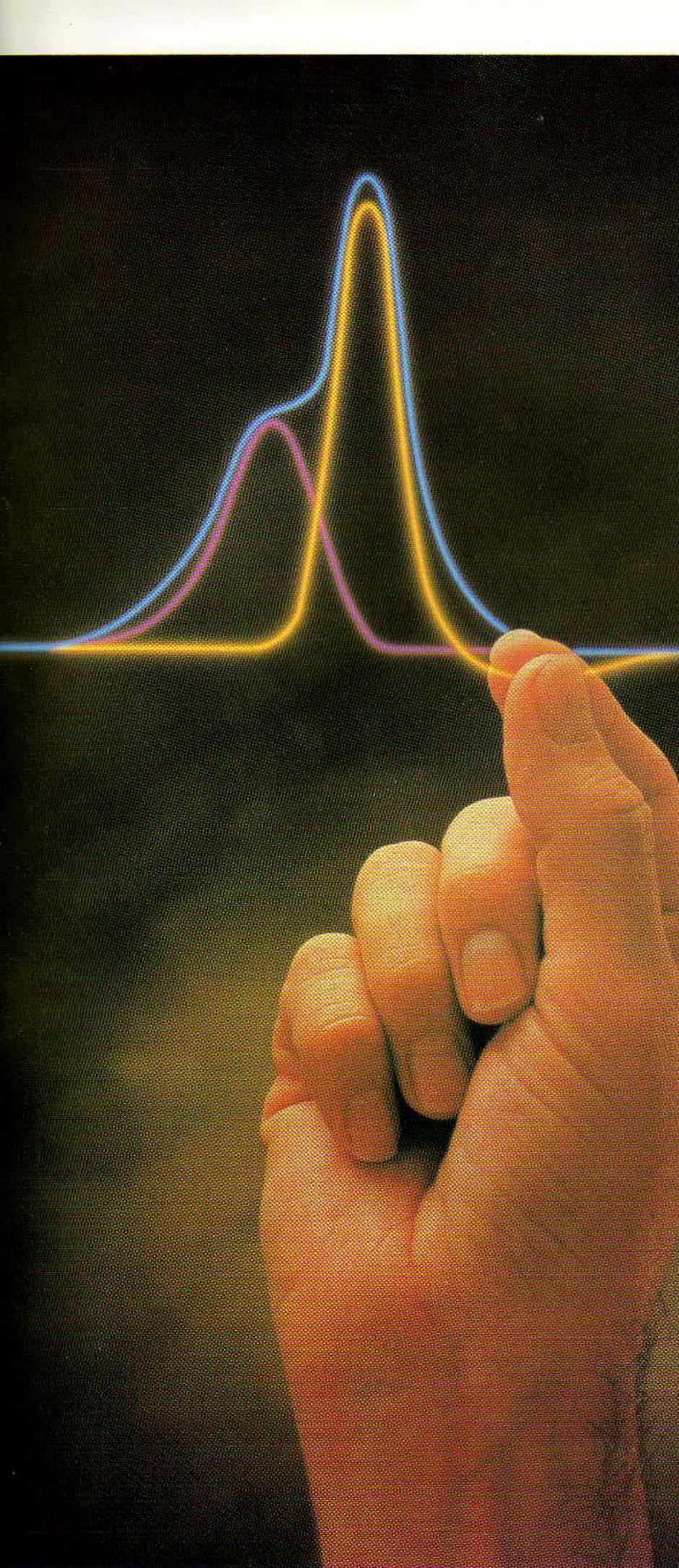
**T**écnicas

**A** fines



Boletín del Grupo de Cromatografía  
y Técnicas Afines de la Real Sociedad  
Española de Química

Volumen 12. Núm. 1 (1991)



# Ahora el desarrollo de métodos en HPLC es fácil con el System Gold

System Gold™, el Cromatógrafo Personal™, el HPLC más avanzado, el más fácil de uso y aprendizaje.



Y ahora nos ofrece, la total automatización del desarrollo de métodos, incorporando a la red de comunicaciones System Gold™, nuestro nuevo Detector "Diode Array" Modelo 168 y el nuevo Inyector Automático Modelo 507.

Ud. puede adquirir de forma rápida y completa, información de espectros UV/VIS y de Pureza de Pico en Tiempo Real, a través de la detección por fotodiodos en circuito integrado y disponer de la versatilidad de programación del Inyector Automático 507.

Todo ello con un nivel de fiabilidad y automatismo no disponible hasta la fecha en ningún otro HPLC.

*Y ESTO ES FÁCIL CON EL SYSTEM GOLD.*

Aprecie personalmente la facilidad en el Desarrollo de Métodos Cromatográficos con el System Gold.

Contacte con BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

Estamos seguros de que se alegrará de esta decisión.

## BECKMAN

INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

Avda. del Llano Castellano, 15  
28034 MADRID (91-358 00 51)  
Sabino de Arana, 46-48  
08028 BARCELONA (93-339 97 16)

## CROMATOGRAFIA Y TECNICAS AFINES

Madrid, junio de 1991 Vol. 12, núm. 1

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines  
(Real Sociedad Española de Química)

### INDICE

- 2 Editorial
- 3 NOMENCLATURA  
Cromatografía: términos y definiciones.
- ARTICULOS
- 6 Electroforesis capilar de alto voltaje, por A. Cifuentes.
- 12 Métodos actuales de análisis de ácidos orgánicos en mostos y frutas, por M. Llorente y C. Gómez-Cordovés.
- 16 COMITES EDITORIALES
- INFORMACION BIBLIOGRAFICA
- 18 Publicaciones de los socios del GCTA.
- 21 Reseña de libros.
- 21 Artículos de interés.
- NOTICIAS DEL GCTA
- 24 Reunión científica anual.
- 26 Nuevos socios.
- INFORMACIONES
- 30 Congresos celebrados.
- 35 Calendario de actividades.
- NOVEDADES TECNICAS
- 38 De nuestras empresas colaboradoras.

Editora: – Isabel Martínez Castro  
Instituto de Química Orgánica General, CSIC  
Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid, Tel. 262 29 00, ext. 212

Publicidad: – José Luis Andreu  
Instituto de Fermentaciones Industriales, CSIC  
Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid, Tel. 262 29 00, ext. 288

Comité Editorial: – X. Guardino, M.J. González, M.D. Cabezudo, G. Reglero, I. Katime, C. Gutiérrez Blanco, C. Sáiz, B. Hermosín y C. Ibáñez.

Depósito legal: M-1902-1975

Imprime: Helios, S.A., Conde de Cartagena, 18, Tel. 551 38 94 - 28007 Madrid.

# Editorial

Tal como se informa al detalle en las páginas de este boletín una vez más estamos preparando la reunión científica anual del GCTA que en esta ocasión se celebrará en el Palacio de Miramar de San Sebastián, del 29 al 31 de octubre. La estructura logística de este tipo de reuniones descansa en varios pilares fundamentales: conferencias invitadas, sesiones de discusión o mesas redondas sobre temas específicos, exhibición de trabajos científicos en forma de paneles y participación activa de las casas comerciales así como cursos de especialización. Los cursos de especialización, que en esta ocasión versarán sobre tres temas diferentes, constituyen una novedad que esperamos ampliar y consolidar en el futuro dado el sorprendente éxito de participación en el primero que organizamos conjuntamente con la reunión anual del año 1989 en Reus.

A este respecto e insistiendo en la opinión de la Junta Directiva de potenciar todo aquello que redunde directamente en beneficio e interés del socio, agradeceríamos indicaciones sobre aquellos temas de mayor interés para la programación de futuros cursos.

En cuanto a la participación activa de las casas comerciales en nuestras actividades creo que es justo agradecer el apoyo recibido en nuestro grupo y manifestar nuestro convencimiento de la necesidad de encontrar fórmulas de colaboración que redunden en beneficio de todos.

En este sentido, es importante señalar que, en nuestra opinión, una parte importante de las reuniones anuales consiste en la información de las casas comerciales que permite ponerse al día sobre las novedades técnicas en el mercado cro-

matográfico. Las exposiciones comerciales constituyen la forma idónea de interacción entre casas comerciales y asistentes a la reunión aunque para ello es necesario asegurar, en términos organizativos, un ambiente congresual que facilite el intercambio de información entre unos y otros.

Este año ello no ha sido posible porque dentro del magnífico marco histórico-artístico del palacio de Miramar no existen salas suficientemente grandes para acoger de forma conjunta la exposición de carteles científicos y la exposición comercial. Por ello, en esta ocasión hemos buscado fórmulas nuevas de participación de las casas comerciales tales como la presentación de carteles de carácter comercial o técnico, en los que la empresa puede exhibir durante los tres días de la reunión cualquier tipo de información que considere de interés para los asistentes, o la participación más activa en mesas redondas.

Dos de los temas seleccionados para dichas mesas, estaciones de tratamiento de datos y nuevas fases estacionarias en cromatografía de líquidos, han experimentado un amplio desarrollo en los últimos años. La mesa redonda dedicada a criterios de pureza y metodología de gases permitirá ponerse al día en un tema que a veces se da por sabido de manera un poco ligera en cromatografía de gases.

Finalmente, a solicitud de varias casas comerciales, se realizará una pequeña exposición de equipos combinados de cromatografía de gases-espectrometría de masas ya que en la actualidad el mercado de estos instrumentos está experimentando una fase de expansión considerable.

*E. Gelpí y J. Grimalt*

*(Presidente y Secretario del GCTA, respectivamente)*

# Cromatografía: términos y definiciones

Marta Herráiz

Como continuación de la labor presentada anteriormente (1) se presenta aquí la lista de términos ya definidos con sus equivalencias en otros idiomas. Para ello se ha tenido en cuenta las indicaciones de un moderno Diccionario de Cromatografía (2) Esta

obra contiene aproximadamente 4.000 términos en francés, inglés, alemán y ruso. Dada la dificultad para transcribir los caracteres de este último idioma no se reproducen los términos rusos aquí, debiendo los interesados recurrir al original.

## EQUIVALENCIA EN VARIOS IDIOMAS DE TERMINOS YA DEFINIDOS

Español	Inglés	Francés	Alemán
01 Cromatografía	Chromatography	Chromatographie	Chromatographie
02 Cromatografiar	To chromatograph	Chromatographier	Chromatographieren
03 Cromatógrafo	Chromatograph	Appareil Chromatographique	Chromatographiegerät
04 Cromatograma	Chromatogram	Chromatogramme	Chromatogramm
05 Detector	Detector	Détecteur	Detektor
06 a 12 Cromatografía de: Reparto	Partition C	C de partage	Verteilungschromatographie
Adsorción	Adsorption C	C d'adsorption (3) C par adsorption	Adsorptionschromatographie
Intercambio iónico	Exchange ion C	C d'échange d'ions (3)	Austauschionchromatographie
Exclusión	Exclusion C Size-exclusion C Gel permeation C (3)	C d'exclusion (3) C par exclusion	Ausschlusschromatographie
de pares de iones (3) de Formación de pareja de iones	Paired-ion C	C de paire d'ions (3) C a paire d'ions	Ionenpaarchromatographie
Afinidad	Affinity C	C d'affinité	Affiniätschromatographie
13 C en columna	Column C	C de colonne (3) C sur colonne	Säulenchromatographie
14 Columna rellena	Packed column	Colonne remplie (Colonne à remplissage)	Gepackte Säule
15 Columna abierta	Open column	Colonne à tube ouvert	Offene Säule
16 Columna capilar	Capillary column	Colonne capillaire	Kapillarsäule
17 C de gases	Gas C	C en phase gazeuse	Gaschromatographie
18 C gas-líquido	Gas-liquid C	C gaz-liquide	Gas-Flüssigkeits-C
19 C gas-sólido	Gas-solid C	C gaz-solide	Gas-Adsorptionschromatographie
20 Fase estacionaria	Stationary phase	Phase stationnaire	Stationäre Phase
21 Fase líquida	Liquid phase	Phase liquide	Flüssige Phase
22 Fase móvil	Mobile phase	Phase mobile	Mobile Phase
23 Gas portador	Carrier gas	Gaz vecteur	Trägergas
24 Recubrimiento Impregnación (3)	Coating	Revêtement Imprégnation (3)	Belegung
25 Columna Capilar abierta	Open tubular column Capillary (Golay) column	Colonne capillaire à tube ouvert Colonne de Golay	Golay Säule

Español	Inglés	Francés	Alemán
25 Columna Capilar abierta	Open tubular column Capillary (Golay) column	Colonne capillaire à tube ouvert Colonne de Golay	Golay Säule
26 Columna capilar de pared recubierta	Wall-coated open tubular column	Colonne capillaire à paroi recouverte	Dünnschicht-Kapillarsäule
27 Columna capilar de pared porosa	Porous layer open tubular column	Colonne capillaire à couche poreuse	Fetschichtkapillarsäule
28 Columna capilar rellena	Packed capillary column	Colonne capillaire remplie	Gepackte Kapillarsäule
29 Columna capilar con microparticulas	Micropacked capillary column	Colonne microremplie	Micropartikelkapillarsäule
30 Columna microcapilar	Microcolumn microbore column	Colonne capillaire microdimensionnelle	Mikrosäule
31 Pastilla, septum	Septum	Membrane, septum	Einspritzungsscheibe
32 Camisa de vidrio	Glass liner		Glasinsert
33 Inyector	Injector	Injecteur	Injektor, probengeber einspritzblock
34 Divisor de flujo	Split	Diviseur de flux	Strömungsteiler
35 Detector de conductividad térmica, catarómetro	Thermal conductivity detector, katharometer	Détecteur à conductivité thermique, catharomètre	Wärmeleitfähigkeitsdetektor, katharometer
36 Detector de balanza de gases	Gas density balance detector		
37 Detector de captura electrónica	Electron capture detector	Détecteur à capture d'électrons	Elektroneneinfangdetektor
38 Detector de sección eficaz	Ionization cross section detector cross section detector	Détecteur à section efficace	
39 Detector de ionización de llama	Flame ionization detector	Détecteur à ionisation de flamme	Flammenionisationsdetektor
40 Detector termiónico de Na	Na thermionic detector	Détecteur thermionique de Na	Na thermoionendetektor
41 Detector de espectrometría de emisión de plasma	Plasma detector	Détecteur à plasma	Plasmatetektor
42 Cromatografía de líquidos en columna	Liquid column chromatography	Chromatographie liquide sur colonne	Flüssigkeitschromatographie
43 Cromatografía de líquidos de alta resolución	High performance liquid chromatography	Chromatographie en phase liquide à haute performance	Hochdruckflüssigchromatographie
44 Cromatografía líquido-líquido	Liquid-liquid chromatography	Chromatographie liquide-liquide	Flüssig-flüssig-chromatographie
45 Cromatografía líquido-sólido	Liquid-solid chromatography	Chromatographie liquide-solide	Flüssig-fest-chromatographie
46 Cromatografía en fase normal	Normal phase chromatography		
47 Cromatografía en fase inversa	Reversed phase chromatography inversed phase chromatography	Chromatographie en phase inversée	Umkehrphasenchromatographie chromatographie an unpolaren stationärenphasen
48 Eluyente	Eluent, eluting agent	Eluant, agent éluant	Elutiosmittel
49 Fases unidas químicamente	Bonded phases	Phases greffées	Chemischgebundenen Phasen
50 Cromatografía en papel	Paper chromatography	Chromatographie sur papier	Papierchromatographie
51 Cromatografía en capa fina	Thin layer chromatography	Chromatographie sur couche mince	Dünnschichtchromatographie
52 Revelador	Developer developing agent	Réactif pour développer la coloration	Aufärbereagens
53 Placa cromatográfica	Chromatoplate, chromatostrip	Plaque chromatographique	Chromatographieplatte
54 Autoanalizador de aminoácidos, ácidos o azúcares	Amino acid, acid or sugar autoanalyzer		

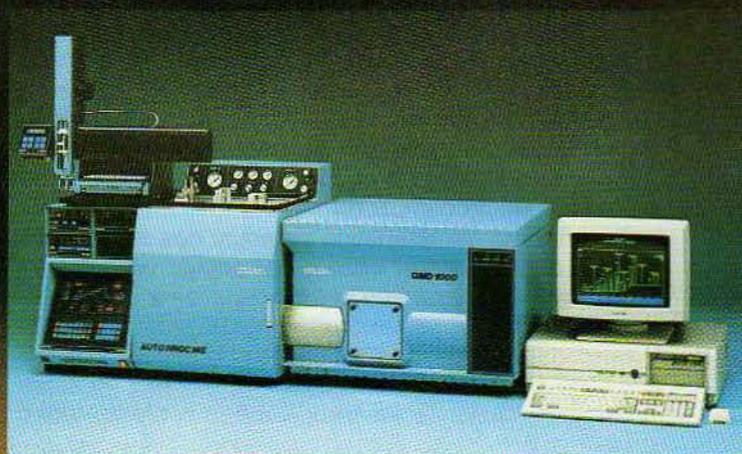
(1) M D Cabezudo, "Cromatografía Términos y Definiciones". Boletín del GCTA 5 (1) 16-23 (1984) y CTA II (2) 91-97 (1990)

(2) Hans-Peter Angelé, "Dictionary of Chromatography", Dr Alfred Hüthling Verlag (1984)

(3) Propuestas por algunos socios del GCTA

Se ruega encarecidamente a los socios interesados que envíen sus opiniones sobre el tema

# El mundo de la cromatografía en expansión



GC/MS



SFE/SFC/MS



HPLC-HRGC/MS

## **FISONS** INSTRUMENTS S.A.

**MADRID**  
Ave. de la Industria, 32  
Poligono Industrial ALCOBENDAS  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)  
Tels: 6516000 - 6518411  
Fax: 6519340

**BARCELONA**  
C/Providencia, 152  
08024 BARCELONA  
Tels: (93) 2100253 - 2845469  
Fax: (93) 2132691

# Electroforesis capilar de alto voltaje

Alejandro Cifuentes

Instituto de Química Orgánica General (C.S.I.C.)  
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid

## 1.-INTRODUCCION

La Electroforesis Capilar de Alto Voltaje, también llamada Electroforesis Capilar de Alta Eficacia (HPCE), ha demostrado ser una de las nuevas técnicas analíticas de mayor campo de aplicación (1). Sus características de elevada eficacia, rapidez, gran poder de resolución (2) y la facilidad para su automatización (3) hacen de esta técnica una herramienta de gran poder analítico en el estudio de sustancias iónicas y no iónicas en solución.

En este trabajo intentaremos dar una visión general de HPCE, estudiando los fenómenos que regulan la separación así como la instrumentación básica que requiere, para finalizar mostrando algunas de las múltiples aplicaciones de esta técnica.

## 2.-FENOMENOS QUE REGULAN LA SEPARACION

En HPCE el movimiento y separación dentro del capilar de las distintas sustancias que forman la muestra se lleva a cabo gracias a la aparición de dos diferentes fenómenos electrocinéticos. Estos fenómenos, representados en la Fig. 1, aparecen como resultado de la existencia de una solución iónica en el capilar y una diferencia de potencial aplicada entre los extremos de dicho capilar y que pueden ser resumidos de la forma siguiente:

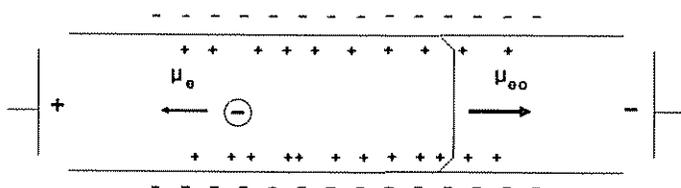


Fig. 1. Representación de los fenómenos electrocinéticos que aparecen en el interior del capilar durante la separación.

$\mu_{eo}$  = movilidad electroosmótica.  $\mu_e$  = movilidad electroforética.

### 2.1.-Fenómeno electroforético

Las sustancias a separar, al encontrarse a un determinado pH adquieren generalmente una carga neta. Esta carga neta puede ser positiva o negativa, de tal forma que cuando se aplica una diferencia de potencial estas sustancias se desplazan hacia su correspondiente polo con una velocidad que dependerá del campo aplicado y de una característica específica de cada sustancia denominada movilidad electroforética.

### 2.2.-Fenómeno electroosmótico

El capilar, al estar en contacto su cara interna con una solución iónica, adquiere una determinada carga. Estas cargas tienden a ser neutralizadas por los contraiones de la solución tampón de tal forma que se origina una doble capa iónica. Cuando se aplica el campo eléctrico, los iones en contacto con la pared cargada, junto con el agua de hidratación asociada, tienden a desplazarse hacia su polo correspondiente, de tal forma que originan un movimiento global de toda la fase líquida en el interior del capilar, denominado flujo electroosmótico.

La principal característica de estos dos fenómenos es que originan en el interior del capilar un perfil de flujo plano, de forma que la eficacia y la resolución de la separación se ven incrementadas sensiblemente en comparación a las técnicas que originan un perfil de flujo parabólico, como por ejemplo HPLC en columnas capilares abiertas, ambas representadas en la Fig. 2.

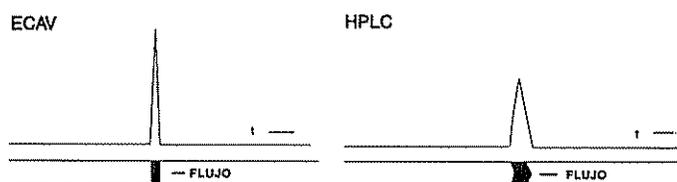


Fig. 2. Comparación entre los perfiles de flujo obtenidos en HPCE y en HPLC con columnas capilares abiertas y de la forma de pico que ambas originan.

En algunas situaciones interesa eliminar los efectos de las cargas en superficie del capilar; un claro ejemplo es la utilización de capilares de sílice fundida en la separación de proteínas, las cuales tienden a adsorberse sobre la sílice arruinando la separación, o bien el empleo de HPCE para isoelectroenfoque, en el que la existencia del flujo electroosmótico impediría realizar la separación. Para evitar estos problemas se han desarrollado diferentes recubrimientos de la pared interna del capilar que eliminan o reducen los efectos de las cargas en superficie; es decir, eliminan o reducen el flujo electroosmótico y los fenómenos de adsorción. Algunas de las sustancias empleadas para este recubrimiento han sido el polietilenglicol (8-11), polisiloxanos (9,12), cloruro de pentafluorobenzoilos (13), poliacrilamida lineal (14,15). Asimismo, además de capilares recubiertos se han empleado capilares rellenos de geles como la poliacrilamida (2,16-18) que además de eliminar los efectos de las cargas en superficie introduce un nuevo factor de influencia en

la separación como es el tamaño de las muestras a separar al actuar el gel como un tamiz molecular.

### 3.-INSTRUMENTACION

En electroforesis convencional la separación de los analitos se basa en la distinta movilidad que presentan dichas sustancias cargadas al encontrarse bajo la acción de un campo eléctrico. En el caso de HPCE la diferencia de potencial se aplica entre los extremos de un capilar en cuyo interior hay un medio conductor, normalmente una solución tampón. Un esquema de las partes que normalmente configuran el sistema de HPCE puede observarse en la Fig. 3, que incluye:

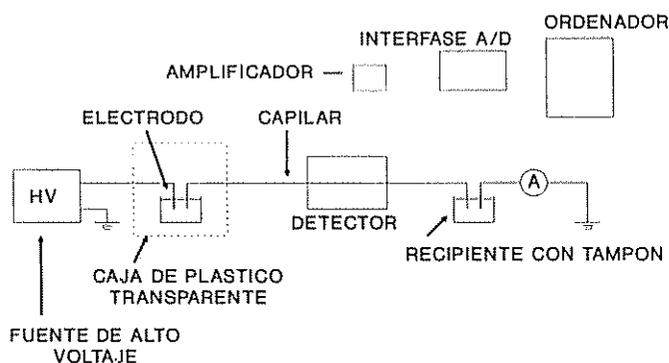


Fig. 3. Esquema de la instrumentación básica para HPCE.

1.-La fuente de alto voltaje capaz de generar diferencias de potencial del orden de 0-30 kV.

2.-El capilar, en cuyo interior se realiza la separación y detección de las muestras a analizar. Los capilares suelen ser de sílice fundida con diámetros internos del orden de 25-100  $\mu\text{m}$  y una longitud de 30-100 cm. En menor medida también se han utilizado capilares de vidrio (4,5,19) y de teflón (4,6). La elevada relación entre la superficie externa y el volumen interno del capilar permite aplicar voltajes muy elevados (varias decenas de kilovoltios) al presentar una buena disipación de calor y evitar así los problemas que en electroforesis convencional originaba el calor generado por efecto Joule.

3.-Los electrodos, generalmente de platino, tienen como misión poner en contacto el primer recipiente, y por tanto el capilar, con la fuente de alto voltaje. El circuito eléctrico es cerrado a tierra por el segundo electrodo, midiendo previamente con un amperímetro la corriente que circula por el sistema (normalmente del orden de algunos microamperios).

4.-La detección, que normalmente se realiza sobre el mismo capilar y que se comenta más adelante.

5.-Una caja de plástico que actúa como sistema de seguridad para evitar posibles descargas eléctricas del electrodo sobre el usuario, apagando automáticamente la fuente de alto voltaje cuando se abre la caja.

6.-Un sistema para la adquisición y manejo de datos generalmente compuesto por un amplificador, una interfase analógico/digital y un ordenador tipo PC.

### 3.1.-Inyección

La introducción de muestra dentro del capilar en HPCE se debe realizar de forma que su alta eficacia no se vea disminuida. Esto supone inyectar volúmenes de muestra muy pequeños (generalmente del orden de algunos nL) y de forma reproducible. Asimismo la concentración de los iones en estos volúmenes debe ser tal que no se produzcan fenómenos de sobrecarga de la columna los cuales originarían picos con deformaciones frontales o con colas. Estos hechos han originado el empleo de distintos mecanismos de inyección, de los que puede verse un resumen en la tabla 1. El mecanismo más extendido es el de electromigración y básicamente consiste en sustituir el recipiente con tampón por un recipiente que contiene la muestra, disuelta normalmente en el mismo tampón, y aplicando una pequeña diferencia de potencial durante un corto tiempo (1-5 kV durante 1-5 s) realizar la introducción de muestra dentro del capilar.

Tabla I  
Sistemas de inyección empleados en HPCE.

Introducción de muestra	Reproducibilidad (área de pico)	Inconvenientes	Ref
Electromigración	4.1%	Discriminatoria	21-23
Hidrodinámica Por gravedad Por presión o succión	2.9%	Afecta a la eficacia	28
	2.8%		29,30
Con divisor de muestra	3.0%	Difícil adaptarlo a capilares de 25-100 $\mu\text{m}$	24
Giratorio	1.9%		25
Microinyector	-	Acoplamiento problemático con capilar y electrodo	26,27, 31

### 3.2.-Detección

En HPCE el sistema de detección ha sido considerado como una de sus mayores limitaciones (7). Para no perder las elevadas eficacias que esta técnica proporciona la detección se realiza "on-column", es decir, en el mismo capilar (Fig. 4). Esta necesidad de detectar en capilares con diámetros internos de 25-100  $\mu\text{m}$ , con unos volúmenes de muestra tan pequeños (nL) y con unas cantidades de muestra del orden de los picomoles e incluso menores (20), ha originado que

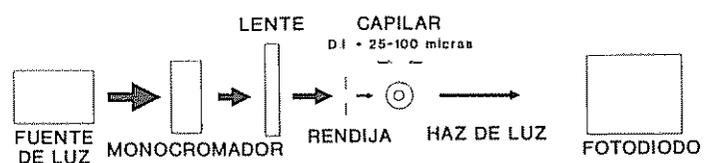
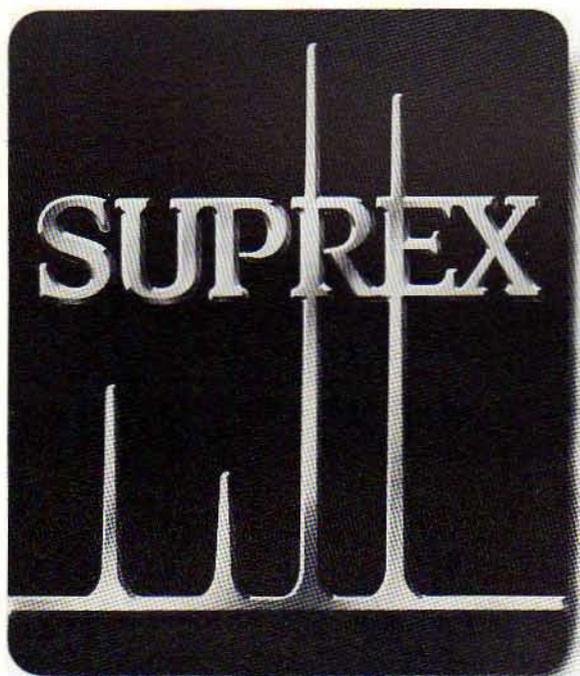
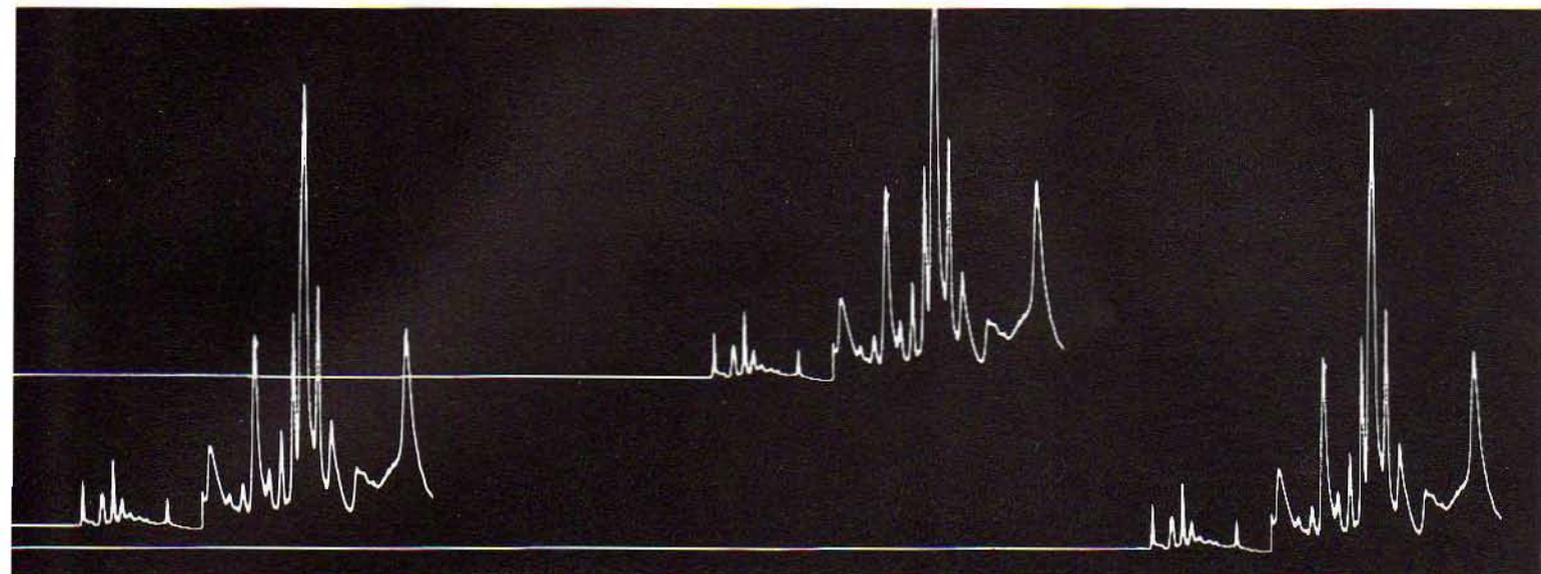


Fig. 4. Representación de un típico sistema de detección "on-column" empleando absorción de radiación UV-Vis. D.I. = Diámetro Interno del capilar.



- CROMATOGRAFIA DE FLUIDOS SUPERCRITICOS
- EXTRACCION CON FLUIDOS SUPERCRITICOS PARA PREPARACION DE MUESTRAS

**EXPERTOS EN TECNOLOGIA DE FLUIDOS SUPERCRITICOS**



**IZASA, S.A.**

C/. Aragoneses, 13  
Pol. Ind. Alcobendas  
28100 MADRID

C/. Calabria, 174  
08015 BARCELONA

**DELEGACION CATALUÑA:** 425 01 00. **BILBAO:** 476 13 50. **GIJON:** 35 67 46.  
**GRANADA:** 28 07 50. **LAS PALMAS:** 28 21 48. **MADRID:** 661 50 86.  
**MALAGA:** 39 28 87. **MURCIA:** 29 87 11. **PALMA DE MALLORCA:** 28 91 71.  
**SANTANDER:** 25 30 16. **SANTIAGO DE COMPOSTELA:** 58 28 00.  
**SALAMANCA:** 24 09 70. **SEVILLA:** 436 41 66. **TENERIFE:** 61 60 51.  
**VALENCIA:** 347 66 25. **VALLADOLID:** 23 59 27. **ZARAGOZA:** 56 04 46.

una gran variedad de sistemas de detección hayan sido desarrollados en un intento de superar estas limitaciones. Se presenta en la Tabla II un resumen de los sistemas de detección más empleados hasta ahora

**Tabla II**  
Sistemas de detección desarrollados para HPCE.

Principio de detección	Límite de detección (moles detectados)	Referencias
<b>1.-Óptico</b>		
Absorción	$10^{-13}$ - $10^{-15}$	32,45,51,57
Fluorescencia		
Derivatiz precolumna	$10^{-18}$ - $10^{-21}$	20,33,34,38
Derivatiz postcolumna	$10^{-17}$	36,50,92
Fluorescencia indirecta	$10^{-15}$ - $10^{-17}$	35,40
Raman	$10^{-15}$	46,94
<b>2.-Espectrometría masas</b>	$10^{-15}$ - $10^{-16}$	37,42,44
<b>3.-Electroquímico</b>		
Conductividad	$10^{-16}$	39,47
Amperométrico	$10^{-18}$	31,35,41
<b>4.-Radiométrico</b>	$10^{-18}$	43,48,49

#### 4.-METODOS DE SEPARACION EN HPCE: APLICACIONES

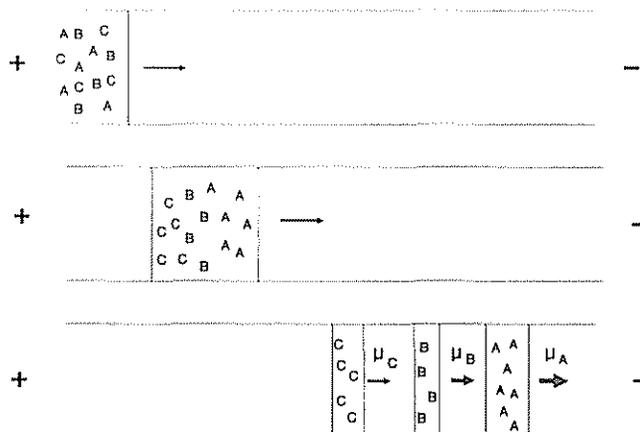
Las ventajas que HPCE presenta frente a la electroforesis convencional pueden resumirse en:

- 1.-Mejor disipación de calor en los capilares.
- 2.-Posibilidad de aplicar elevados potenciales (0-30 kV)
- 3.-Tiempos de análisis cortos (inferiores a 30 min)
- 4.-Detección en continuo.
- 5.-Fácil automatización
- 6.-Sencilla colección de muestras a escala micro (22,66,80)

Esta serie de ventajas ha originado que los métodos de separación empleados en electroforesis convencional hayan sido adaptados para su empleo en electroforesis capilar.

En HPCE el método de separación más empleado es el de Electroforesis de Zona (CZE). Como se muestra en la Fig. 5 en CZE las muestras a analizar son inyectadas en el interior del capilar y bajo la influencia del campo eléctrico se van separando según su diferente movilidad electroforética hasta que cada sustancia aparece en el interior del capilar como una banda "pura", momento en que se realiza la detección y análisis de dichas sustancias. Empleando HPCE con este método de separación se han analizado iones metálicos (51,78), aminoácidos (34,36,38,65,72), péptidos y proteínas (13,19,37,41,44,58-60), fármacos (43,64,66), carbohidratos (38,40), nucleótidos (32), polímeros (33), catecolaminas (31,39,85), etc. Una variante muy interesante del método de Electroforesis de Zona es la que emplea capilares rellenos de gel de poli(acrilamida) (2,16,

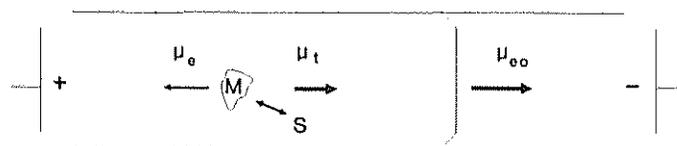
18,22,23,57,61-63,90) Estos capilares además de emplear el principio de separación de la Electroforesis de Zona introducen un nuevo factor que es el del tamaño de las muestras al actuar el gel como un tamiz molecular. Empleando este tipo de capilares se han separado oligonucleótidos (2,61,66), aminoácidos (57), proteínas (57), fragmentos de DNA (16,62,63), compuestos quirales (56), etc.



**Fig. 5.** Representación del proceso de separación que se produce en el interior del capilar empleando HPCE en la forma de Electroforesis Capilar de Zona (CZE). En este ejemplo se supone la movilidad electroosmótica ( $\mu_{eo}$ ) igual a cero. Las movilidades electroforéticas de cada sustancia ( $\mu_i$ ) presentarían entonces la siguiente relación  $\mu_A > \mu_B > \mu_C$ , siendo en este caso la sustancia A la primera en ser detectada.

De igual forma se han empleado en ECAV otros métodos de separación como el isoelectroenfoco (88,89,91) en el análisis de proteínas (87), complejos antígeno-anticuerpo (30), etc., así como la isotacoforesis (81-83) en la separación de ácidos orgánicos (84), péptidos y proteínas (42), nucleótidos (86), etc.

Un ejemplo del rápido desarrollo que HPCE ha tenido en los últimos años ha sido la aparición de un nuevo método de separación que permite el análisis de sustancias neutras. Este nuevo método, denominado según Terabe (67) Cromatografía Electrocinética Capilar (EKC) y según Burton (68) Cromatografía Micelar Electrocinética Capilar (MECC), se caracteriza por presentar en el tampón una *pseudofase estacionaria* formada por micelas. Estas micelas, con carga generalmente negativa, debido a su movilidad electroforética ( $\mu_e$ ), tienden a ir hacia el polo positivo como se puede ver en la Fig. 6,



**Fig. 6.** Representación del proceso de separación empleando HPCE en la forma de Cromatografía Electrocinética Micelar Capilar (MECC). M = Micelas, S = Analito,  $\mu_e$  = movilidad electroforética de la micela,  $\mu_{eo}$  = movilidad electroosmótica del tampón,  $\mu_1$  = movilidad neta de la micela.

pero son arrastradas por el flujo electroosmótico ( $\mu_{eo}$ ) hacia el polo negativo al ser este último de mayor magnitud. Las sustancias neutras a analizar se reparten entre las micelas y el tampón según su específico coeficiente de reparto, de forma que originan una variación también específica en la movilidad electroforética de las micelas. Esta especificidad permite la separación de las diferentes sustancias neutras. Empleando MECC han sido analizados aminoácidos (55,73), fármacos (71,74), vitaminas (69,70), compuestos quirales (75,76), hidrocarburos aromáticos (77), aminas (79), etc

Otra de las características de HPCE es el amplio rango de pesos moleculares que es capaz de abarcar. Así sus aplicaciones han ido desde la separación de iones metálicos (51,52) hasta el análisis de células (53) y partículas (54).

Un ejemplo de las grandes posibilidades de la electroforesis capilar es por ejemplo el trabajo de Olefirowicz y col. (31) en el que realizan la inyección directa del citoplasma de una célula nerviosa en el capilar insertando un extremo del mismo dentro de dicha célula. Los femtolitros de citoplasma inyectados son suficientes para detectar atomoles de diferentes neurotransmisores, empleando para esto Electroforesis de Zona con detección amperométrica y capilares de sílice de 2 y 5  $\mu\text{m}$  de diámetro interno. Este hecho hace que HPCE sea especialmente aconsejable en aquellos campos en los que las cantidades de muestra que se manejan son muy pequeñas.

El espectacular desarrollo que esta técnica ha tenido en los últimos años puede comprobarse en aplicaciones como la realizada por Guttman y col. (2) en la que empleando capilares rellenos de gel de poliacrilamida separan oligonucleótidos de hasta 160 mer obteniendo eficacias de 30 millones de platos por metro, esto les permite distinguir componentes que difieren en un solo nucleótido. Esta característica ha hecho que el empleo de capilares rellenos de poliacrilamida en HPCE se considere una herramienta potencialmente útil (23,93) para la secuenciación del DNA.

## BIBLIOGRAFIA

- Kuhr W.G.; Anal. Chem. 62 (1990) 403R.
- Guttman A., Cohen A.S., Heiger D.N., Karger B.L.; Anal. Chem. 62 (1990) 137.
- Terabe S.; Anal. Chem. 62 (1990) 605A
- Lukacs K.D., Jorgenson J.W.; HRC&CC 8 (1985) 407.
- Jorgenson J.W., Lukacs K.D.; J. Chromatogr. 218 (1981) 209.
- Mikkers F.E.P., Everaerts F.M., Verheggen T.P.E.M.; J. Chromatogr. 169 (1979) 11.
- Wallingford R.A., Ewing A.G.; Advances in Chromatography Vol. 29, M. Dekker, N.Y., 1989.
- Bruin G.J.M., Chang J.P., Kuhlman R.H., Zegers K., Kraan J.C., Poppe H.; J. Chromatogr. 438 (1988) 23.
- Lux J.A., Yin H., Schomburg G.; HRC&CC 13 (1990) 145.
- Bruin G.J.M., Huisden R., Kraan J.C., Poppe H.; J. Chromatogr. 480 (1989) 339.
- Bruin G.J.M., Chang J.P., Kuhlman R.H., Zegers K., Kraan J.C., Poppe H.; J. Chromatogr. 471 (1989) 429.
- McCormick R.M.; Anal. Chem. 60 (1988) 2322.
- Swedberg S.A.; Anal. Biochem. 185 (1990) 51.
- Hjertén S.; J. Chromatogr. 347 (1985) 191.
- Cobb K.A., Dolnik V., Novotny M.V.; Anal. Chem. 62 (1990) 2478
- Cohen A.S., Najarian D.R., Karger B.L.; J. Chromatogr. 516 (1990) 49.
- Swerdlow H., Wu S., Harke H., Dovichi N.J.; J. Chromatogr. 516 (1990) 61
- Paulus A., Gassmann E., Field M.J.; Electrophor. 11 (1990) 702
- Jorgenson J.W., Lukacs K.D.; Science 222 (1983) 266
- Liu J., Shiroto O., Novotny H.; Anal. Chem. 63 (1991) 413.
- Moseley M.A., Deterding L.J., Tomer K.B., Jorgenson J.W.; Anal. Chem. 63 (1991) 109.
- Cohen A.S., Najarian D.R., Paulus A., Guttman A., Smith J.A., Karger B.L.; Proc. Natl. Acad. Sci. USA 85 (1988) 9660
- Karger B.L., Cohen A.S., Guttman A.; J. Chromatogr. 492 (1989) 585
- Deml M., Foret F., Bocek P.; J. Chromatogr. 320 (1985) 159.
- Tsuda T., Mizuno T., Akiyama J.; Anal. Chem. 59 (1987) 799.
- Wallingford R.A., Ewing A.G.; Anal. Chem. 59 (1987) 678.
- Wallingford R.A., Ewing A.G.; Anal. Chem. 60 (1988) 1972.
- Honda S., Iwase S., Fujiwara S.; J. Chromatogr. 404 (1987) 2747.
- Schwartz H.B., Melera M., Brownlee R.G.; J. Chromatogr. 480 (1990) 129.
- Nielsen R.G., Rickard E.C., Santa P.F., Sharknas D.A.; J. Chromatogr. 539 (1991) 177.
- Olefirowicz T.M., Ewing A.E.; Anal. Chem. 62 (1990) 1872
- Huang X., Shear J.B., Zare R.N.; Anal. Chem. 62 (1990) 2049
- Amankwa L.N., Scholl J., Kuhr W.G.; Anal. Chem. 62 (1990) 2189.
- Liu J., Hsieh Y., Wiesler D., Novotny M.; Anal. Chem. 63 (1991) 408.
- Yeung E.S., Kuhr W.G.; Anal. Chem. 63 (1991) 275A
- Albin M., Weinberger R., Sapp E., Moring S.; Anal. Chem. 63 (1991) 417.
- Smith R.D., Loo J.A., Edmonds C.G., Barinaga C.J., Udseth H.R.; J. Chromatogr. 516 (1990) 157.
- Waldron K.C., Wu S., Earle C.W., Harke H.R., Dovichi N.J.; Electrophor. 11 (1990) 777.
- Huang X., Zare R.N., Sloss S., Ewing A.G.; Anal. Chem. 63 (1991) 189.
- Garner T.W., Yeung E.S.; J. Chromatogr. 515 (1990) 639
- Oates M.D., Jorgenson J.W.; Anal. Chem. 62 (1990) 2056.
- Smith R.D., Fields S.M., Loo J.A., Barinaga C.J., Udseth H.R., Edmonds C.G.; Electrophor. 11 (1990) 709
- Altria K.D., Simpson C.F., Bharij A.K., Theobald A.E.; Electrophor. 11 (1990) 732.
- Moseley M.A., Deterding L.J., Tomer K.B., Jorgenson J.W.; J. Chromatogr. 516 (1990) 167.
- Weinberger R., Sapp E., Moring S.; J. Chromatogr. 516 (1990) 271.
- Chen C.Y., Morris M.D.; Appl. Spectrosc. 42 (1988) 515
- Huang X., Luckey J.A., Gordon M.J., Zare R.N.; Anal. Chem. 61 (1989) 766.
- Pentoney, S.L., Zare R.N.; J. Chromatogr. 489 (1989) 259.
- Pentoney, S.L., Zare R.N., Quint J.F.; Anal. Chem. 61 (1989) 1642.
- Nickerson B., Jorgenson J.W.; J. Chromatogr. 460 (1989) 157.
- Foret F., Fanali S., Nardi A., Bocek P.; Electrophor. 11 (1990) 780.

52. Aguilar M, Huang X, Zare R; *J. Chromatogr* 480 (1989) 427
53. Zhu A, Chen Y; *J. Chromatogr.* 470 (1989) 251.
54. Jones H K., Ballou N E; *Anal Chem* 62 (1990) 2484
55. Nishi H, Fukuyama T, Matsuo M.; *J. Microcol. Sep.* 2 (1990) 234.
56. Fanali S.; *J. Chromatogr* 474 (1989) 441
57. Cohen A S., Paulus A., Karger B L.; *Chromatogr* 24 (1987) 15.
58. Novotny M V., Cobb K A., Liu J; *Electrophor* 11 (1990) 735
59. Lauer H H., McManigill D; *Anal. Chem.* 58 (1986) 166
60. Grossman P., Wilson K., Petrie G., Lauer H.; *Anal Biochem* 173 (1988) 265
61. Yin H.F., Lux J A., Schomburg G; *HRC&CC* 13 (1990) 624
62. Heiger D N., Cohen A.S., Karger B L.; *J. Chromatogr.* 516 (1990) 33.
63. Kaspar T., Melera M., Gozel P., Brownlee R.; *J. Chromatogr* 458 (1988) 303
64. Altria K.D., Smith N W; *J. Chromatogr.* 538 (1991) 506
65. Tran A D., Blanc T., Leopold E J; *J. Chromatogr.* 516 (1990) 241
66. Wainright A.; *J. Microcol. Sep.* 2 (1990) 166
67. Terabe S., Otsuka K., Ichikawa K., Tsuchiya A., Ando T.; *Anal Chem.* 56 (1984) 111.
68. Burton D.E., Sepaniak M.J., Maskarinec M P; *J. Chromatogr. Sci.* 24 (1986) 347
69. Nishi H., Tsumagari N., Kakimoto T., Terabe S.; *J. Chromatogr* 465 (1989) 331.
70. Fujiwara S., Iwase S., Honda S; *J. Chromatogr.* 447 (1988) 133.
71. Nishi H., Tsumagari N., Kakimoto T., Terabe S.; *J. Chromatogr* 477 (1989) 259
72. Sweedler J.V., Shear J B., Fishman H.A., Zare R.N., Scheller R H; *Anal. Chem.* 63 (1991) 496.
73. Otsuka K., Terabe S., Ando T.; *J. Chromatogr* 348 (1985) 39.
74. Nishi H., Terabe S.; *Electropher* 11 (1990) 691
75. Dobashi A., Ono T., Hara S., Yamaguchi J; *Anal Chem* 61 (1989) 1984
76. Terabe S., Shibata M., Miyashita Y.; *J. Chromatogr* 480 (1989) 403
77. Ong C P., Ng C L., Chong N N., Lee H K., Li S F Y; *J. Chromatogr.* 516 (1990) 263
78. Swaile D.F., Sepaniak M J; *Anal. Chem* 63 (1991) 179
79. Powell A C., Sepaniak M J.; *J. Microcol. Sep.* 2 (1990) 278
80. Rose D J. Jr., Jorgenson J.W.; *J. Chromatogr.* 438 (1988) 23.
81. Beckers J L., Everaerts F M., Ackermans M T; *J. Chromatogr.* 537 (1991) 429
82. Kenndler E.; *Chromatogr* 11 (1990) 429
83. Thormann W.; *J. Chromatogr.* 516 (1990) 211.
84. Oefner P., Häfele R., Bartsch G., Bonn G; *J. Chromatogr.* 516 (1990) 251.
85. Kaneta T., Tanaka S., Yoshida H; *J. Chromatogr.* 538 (1991) 385.
86. Foret F., Sustacek V., Bocek P.; *J. Microcol. Sep.* 2 (1990) 229
87. Hjertén S., Zhu M.D.; *J. Chromatogr* 346 (1985) 266.
88. Hjertén S., Liao J L., Yao K.; *J. Chromatogr* 387 (1987) 127.
89. Kilar F., Hjertén S.; *J. Chromatogr* 480 (1989) 311.
90. Schomburg G; *Chromatogr.* 30 (1990) 500
91. Mosher R A., Thormann W; *Electrophor.* 11 (1990) 717.
92. Rose D J. Jr.; *J. Chromatogr.* 540 (1991) 343.
93. Smith L.M.; *Nature* 349 (1991) 812
94. Chen C Y., Morris M.D.; *J. Chromatogr.* 540 (1991) 355

\* \* \*

# Métodos actuales de análisis de ácidos orgánicos en mostos y frutas

M. Llorente Gómez y C. Gómez-Cordovés  
Instituto de Fermentaciones Industriales (C.S.I.C.)  
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid

## 1. Introducción.

Los ácidos orgánicos son compuestos importantes de una gran variedad de alimentos y bebidas y de un modo especial de los frutos, que son clasificados por algunos autores por la composición ácida característica de cada uno de ellos (Ulrich, 1970; Kawada y col., 1984).

Su presencia en algunos alimentos es beneficiosa, porque confieren sabores agradables y frescos al paladar, e incluso participan como conservantes naturales. Sin embargo, su importancia no se limita a estos aspectos, sino que los ácidos orgánicos también son útiles como marcadores de procesos que evolucionan en el tiempo. Así, pueden ser reflejo de los cambios fisiológicos que se suceden durante el desarrollo y maduración del fruto, del estado sanitario o microbiano, y en el caso de la uva de vinificación, del índice de calidad tecnológica para los procesos fermentativos a los que se destine. Es bien sabido ya que la característica general de calidad de un vino viene determinada por el equilibrio azúcares-acidez-tanino.

## 2. Estado actual.

Para el estudio de los ácidos orgánicos se han desarrollado un buen número de técnicas analíticas y de preparación de la muestra, que tienden a simplificar y minimizar en lo posible su manipulación.

La técnica más utilizada es el análisis cromatográfico, que se ha impuesto a los métodos enzimáticos porque, además de ser tan eficaces como éstas en la cuantificación, suponen una evidente disminución del tiempo de análisis, al permitir la cuantificación simultánea de un número elevado de compuestos. Ello es especialmente importante en el seguimiento de procesos donde los cambios metabólicos suceden rápidamente y se hacen necesarias altas frecuencias de muestreo.

## 3. Revisión de métodos.

Aproximadamente en unos cincuenta años, la cromatografía dirigida al análisis de los ácidos orgánicos ha evolucionado desde las más sencillas técnicas de adsorción en gel de sílice (Isherwood, 1946) y de intercambio iónico (Bush y col., 1952); de reparto, en papel y en capa fina (Kliwer, 1966; Miyazaki y col., 1969), pasando por la cromatografía de gases, desarrollada en la década de los sesenta, en donde se hace necesaria la derivatización de los ácidos para su detección. Así, la muestra resulta sometida a modificaciones por el empleo de distintos agentes derivati-

zantes: TMSI, trimetilsililimidazol (Horii y col., 1965); HMDS, hexametildisilazano (Brobst y Lott, 1966); BTFSA, bistrifluorosilil acetamida (Philip y Nelson, 1973); MS, metanol-sulfúrico (Hautala, 1966), o BTFM, bistrifluorosilil metanol (Zaura y Metcoff, 1969).

En cuanto a los métodos enzimáticos, han sido utilizados con profusión desde la década de los sesenta hasta los ochenta, y entre ellos se encuentran los métodos desarrollados por Mayer y Bush (1963) y Hohorst (1963) para la determinación del ácido L-málico mediante el enzima málico deshidrogenasa NADH dependiente. El procedimiento ha sido aplicado posteriormente al análisis de uvas (Kliwer, 1965), así como al de vinos y mostos (Battle y col., 1978), incluso con el perfeccionamiento de los métodos no sólo para el ácido málico, sino también para el cítrico y otros (Boehringer Mannheim, 1982).

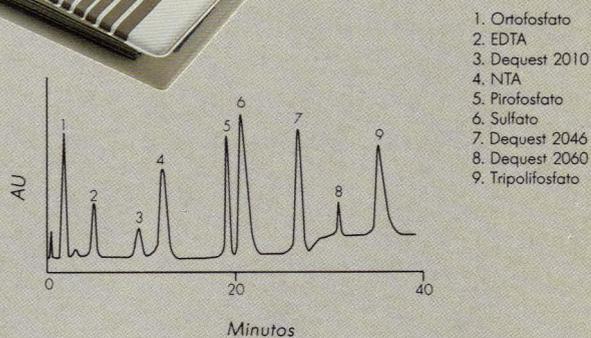
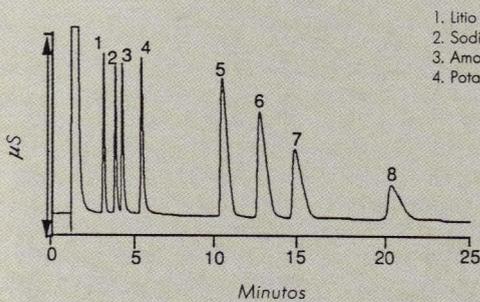
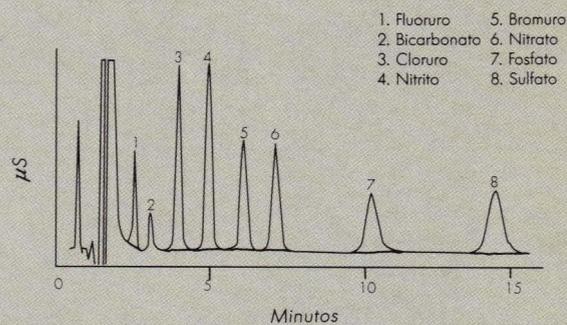
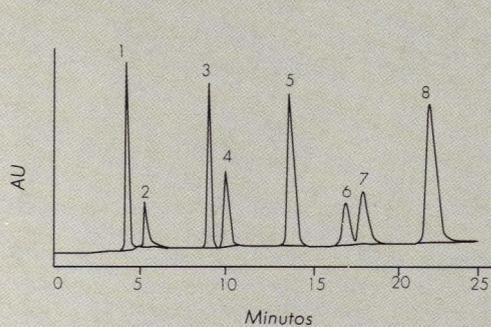
La no existencia de un método enzimático para el ácido tartárico hace preciso recurrir a métodos químicos convencionales de análisis. Entre ellos se encuentran los colorimétricos, como el del metavanadato, y gravimétricos con carbonato de calcio, (O.I.V., 1965; Amerine y Ought, 1973) y potenciométricos de electrodos ión-selectivos. El método del vanadato, sin embargo, puede dar valores menores en las determinaciones de los ácidos como son el tartárico y el cítrico, aplicadas a vinos tintos, por una posible interacción a consecuencia del elevado contenido de compuestos fenólicos y glicerol (Menasti y col., 1985). Rebelein (1973) modifica este método, defecando el vino o mosto con carbón, e incluye el nitrato de plata para eliminar el exceso de ácido vanádico, que debido a su coloración amarilla, presenta absorbancia a la misma longitud de onda (530 nm) empleada en la determinación.

Los últimos trabajos se ciñen al empleo de la cromatografía líquida de alta eficacia, CLAE (HPLC), como aparece en la Tabla 1 para los ácidos orgánicos. Una revisión rápida de estos métodos y sus modificaciones revela una tendencia a reducir los procesos de preparación de la muestra que puedan alterar las características originales de lo que se va a analizar, combinada con el compromiso de eliminar las interferencias por parte de los componentes no deseados mediante algún tipo de purificación.

## 4. Preparación de la muestra.

Los medios cuya composición ácida interesa caracterizar, pueden llegar a ser muy complejos, como por ejemplo, los mostos, y con intervalos de concentración muy diferentes en sus componentes, estando algunos de ellos, como los azúcares, en

# EN CROMATOGRAFÍA IÓNICA...



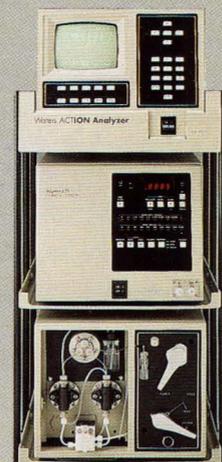
... TENEMOS LA RESPUESTA.

**Waters**  
Division of MILLIPORE

**BARCELONA**  
93 - 325 96 16

**MADRID**  
91 - 729 03 00

**SEVILLA**  
95 - 425 68 77



Waters ActiON Analyzer  
Series Ion Chromatographs

# La destilación ya no es la solución



En un centro de investigación, los destiladores estaban calcificados. Se limpiaron con fosfatos, pero éstos aparecieron en el agua utilizada para preparar geles de poliacrilamida, afectando a las separaciones. La utilización de un Milli-Q Plus mejoró notablemente los resultados.

En un laboratorio de purificación de proteínas existía una contaminación exógena de origen desconocido, hasta que se analizó el agua bidestilada. Esta contenía trazas de endotoxina que se adherían al material de vidrio. Tras sustituir el destilador por un Milli-Q UF Plus, la contaminación desapareció.

En un laboratorio de control de calidad, las determinaciones por cromatografía líquida resultaban desvirtuadas por las trazas metálicas procedentes del destilador. La adquisición de un Milli-Q Plus resolvió el problema.



En ingeniería genética se presta una especial atención al agua, ya que ciertos iones, como el magnesio, son cofactores de enzimas que degradan el ADN. Gracias a las cadenas de purificación de agua Millipore, la viabilidad del ADN "in vitro" alcanza un nivel óptimo.



En un laboratorio de cultivo celular, el crecimiento de las células de mamífero era mínimo en un medio definido, y sólo mejoraba en medio suplementado con suero. Tras analizar todos los componentes del medio, se atribuyó el problema al agua bidestilada. Desde entonces, utilizan agua Milli-Q para formular todos los medios.

Un grupo de cuatro investigadores vió retrasado su trabajo a causa de la contaminación de sus reactivos de electroforesis por pirógenos. La introducción de un Milli-Q Plus les permitió reanudar su trabajo.

Tal como están las cosas, no puede uno fiarse del agua destilada.

Hace unos años, la contaminación a nivel de ppm era aceptable. Pero la alta sensibilidad de la instrumentación actual hace necesario reducir las tasas de contaminantes al nivel de las ppb.

El sistema Milli-Q® Plus elimina los contaminantes iónicos, la materia orgánica y, en especial, las endotoxinas, cosa que no puede conseguir la destilación ni con cinco etapas sucesivas. Además, un Milli-Q® Plus es mucho más sencillo de utilizar y de matener.

El Milli-Q® Plus combina la última tecnología en purificación de agua con un nuevo diseño compacto y un automatismo total. El bloque QPAK, un concepto nuevo en purificación de agua, contiene todas las etapas de tratamiento en una sola unidad y se instala en menos de 10 segundos y sin herramientas. Incluso el aparato le dirá cuándo ha de hacerlo.

El nuevo diseño del Milli-Q® Plus ha reducido al mínimo el volumen muerto interno, con lo que se ha minimizado la tasa de materiaes extraíbles y el desarrollo bacteriano, además de acelerar los lavados y acortar los tiempos de espera.

El agua ultrapura se produce bajo demanda a un alto caudal, evitando su almacenamiento y la subsiguiente degradación de su calidad.

Según el mismo principio, Millipore ha diseñado los sistemas de ósmosis inversa Milli-RO® Plus, que producen agua para uso general de laboratorio y constituyen el pretratamiento idóneo del agua de red antes de su ultrapurificación en un Milli-Q® Plus. Una cadena Milli-RO® Plus + Milli-Q® Plus es la solución definitiva para un laboratorio que necesite agua para diversas aplicaciones.

Para más información, póngase en contacto con Millipore. Le ayudaremos a entender mejor por qué más de 10.000 usuarios han elegido un sistema de purificación de agua Millipore.



## MILLIPORE

Millipore Ibérica, S.A. - Avda Llano Castellano, 13  
28034 Madrid - Teléfono: 91-729 03 00 -  
Teléfax: 91-729 29 09 - Télex: 23545 MILLI E

grandes cantidades, lo que dificulta en muchos casos la valoración de los ácidos.

La inyección directa de la muestra no goza de una aceptación unánime, dado que presenta inconvenientes para algunos autores, como es la disminución de la sensibilidad y, en algunos casos, la aparición de interferencias de la matriz de componentes que impiden la cuantificación. Por ello encontramos ejemplos de todo tipo en la preparación de la muestra para disminuir las interferencias de resolución. Entre las opciones más utilizadas, se encuentran las que a continuación se resumen:

- Elución en columna de fase reversa
- Elución en lechos de resina de intercambio iónico
- Derivatización de ácidos orgánicos por formación de:

- a) fenacil-ésteres (Menasti y col., 1985; Caccamo y col., 1986)

- b) naftacil-ésteres (Cooper y Anders, 1974).

- c) p-nitrofenil-ésteres (Grushka y col., 1975).

- d) p-nitrobencil-ésteres (Steiner y col., 1984; Bandi y Reynolds, 1985).

- Desfenolización si se utiliza detector UV, mediante SepPak C18

La derivatización constituye la más drástica de las opciones, en donde se eleva la región de la detección ultravioleta hasta los 254 nm aproximadamente, lo que hace necesaria la extracción previa de los compuestos fenólicos.

En unos casos se ha optado por la precipitación de los azúcares, en forma de sales de plomo, de boro, etc., en otros, por la de los mismos ácidos (Davis y Hartford, 1979). La opción más común ha sido la del fraccionamiento previo al análisis con resinas de intercambio iónico. Ello permite la retención de la fracción ácida aniónica por medio de resinas catiónicas (Dowex, Amberlite, Lewatit, del tipo carbamato, H<sup>+</sup>, etc.), con la eliminación, por lavado, de la fracción neutra glucídica y de la básica, esta última constituida fundamentalmente por aminoácidos y compuestos con carga positiva (Symonds, 1978).

Por otro lado está la decoloración con carbón activo (Auguste y Bertrand, 1980), y la combinación de este procedimiento con resinas intercambiadoras aniónicas y catiónicas acopladas (Gonet y Marychi, 1982), así como el uso de cartuchos precolumna junto con resinas aniónicas de retención de la fracción ácida (Mc. Cord y col., 1984). Paulatinamente se abandona el uso de resinas iónicas, debido a que las pérdidas a las que puede conducir son indeterminadas.

En algunos casos se ha procedido a la clarificación de mostos de uva con enzimas pectolíticos (Bisell y col., 1989), pero la tendencia actual se dirige a la inyección directa (Marcé y col., 1990).

## 5. Fase móvil.

En lo referente a la elección de la fase móvil, depende del tipo de columna que se vaya a utilizar, y aunque las revisiones no ofrecen una tendencia determinada, salvo la de bajar el pH para conseguir la máxima protonación de todos los ácidos, pueden distinguirse tres grupos de eluyentes, en combinación con distintos tipos de columnas, desde las más gené-

ricas de fase reversa C<sub>18</sub>, hasta las específicas para ácidos, de fase iónica:

1º. Sales ácidas y tampones salinos

2º. Soluciones hidroalcohólicas

3º. Ácidos inorgánicos diluidos.

1º. Dentro de este grupo se incluyen aquellos tampones formados con diferentes aniones, siendo el más empleado el PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. Podemos citar los siguientes ejemplos: HCOONa (Palmer y List, 1973; Symonds, 1978); KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> con tampón MTBA, pH=2.5 (Droz y Tanner, 1982); NaCl, pH=1 (Gonet y Marychi, 1982); NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (Shaw y Wilson, 1983a); NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, pH=2.7 (Shaw y Wilson, 1983b); (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, pH=2.1 (Tusseau y Benoit, 1987); CuSO<sub>4</sub>, 2mM en acetonitrilo al 10% (Kato y col., 1989). También pueden incluirse los salicilatos de heptil y octilamina, reactivos de interacción iónica que han sido utilizados para mejorar la separación de los componentes con retenciones más pequeñas (Genaro y Bertolo, 1989). El principal inconveniente es que producen depósitos salinos, perjudicando la mecánica de los cromatógrafos: émbolos, inyectoras, conexiones capilares, etc.

2º En dichas soluciones, generalmente el alcohol utilizado es metanol, en proporciones variables (Rapp y Ziegler, 1979; Menasti y col., 1985).

3º En el grupo de las fases móviles formadas por ácidos inorgánicos, que, aún estando diluidos, pueden desarrollar en el tiempo efectos agresivos para los rellenos de las columnas, limitando su vida media: HCl/AcH/H<sub>2</sub>O [0.1:0.1:99.8] (Auguste y Bertrand, 1980); H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> al 0.1% (Schneyder y Flack, 1982; Yokotsuka y col., 1983; Goiffon y col., 1985); HClO<sub>4</sub>, 0.03N (Shaw y Wilson, 1983a); H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0.05N (Mc Cord y col., 1984) ó 0.0075N (Goiffon y col., 1985).

En general para cada una de estas situaciones, predomina la elución en condiciones isocráticas.

## 6. Detección.

Figuran como de uso más generalizado la detección refractométrica y la espectrométrica. A su vez, la detección puede ser directa o por formación de un cromóforo, mediante la derivatización previa o posterior a la entrada del compuesto en la columna.

Si se comparan ambas técnicas, la determinación por índice de refracción presenta una menor sensibilidad, es inespecífica y no permite el desarrollo de la elución en gradiente (Saag, 1988), y el análisis cualitativo resulta particularmente interferido por el contenido de azúcares, presente en mostos y vinos dulces. Su empleo, por lo tanto, suele ser más exigente en la preparación previa de la muestra. La detección de absorción ultravioleta es más selectiva por cuanto puede seleccionarse el rango de longitud de onda de la detección, de acuerdo a los máximos espectrales de los compuestos, en general característicos del grupo o familia de cada especie molecular. Así son frecuentes intervalos de longitud de onda entre 210-254nm en la detección de ácidos orgánicos.

## 7. Fase estacionaria.

Dentro de las columnas, parece que ha venido predominando la opción más específica y menos econó-

mica de las resinas de intercambio iónico, aunque actualmente las preferencias se orientan a las de tipo universal de fase inversa. Dentro de la Tabla 1 con las referencias más recientes podemos encontrar algunos ejemplos

Estas últimas tendencias han justificado el desarrollo de la puesta a punto de un método para el análisis de ácidos orgánicos por CLAE en fase reversa (Llorente, M. y Gómez-Cordovés, C., 1990). Para el mismo se utiliza una columna universal Ultrasphère ODS. La elución se realiza en condiciones isocráticas

y a temperatura ambiente, con una fase móvil consistente en un ácido débil diluido, ácido fórmico, al 0.02%. La detección UV se realizó a 190nm, lo que permitió una buena selectividad para los ácidos orgánicos, por su proximidad al límite inferior de sus máximos espectrales. En muestras reales (zumos, mostos y vinos), se resuelven y cuantifican los ácidos tartárico, málico, siquímico, ascórbico, láctico, acético, fumárico, cítrico, citramálico y succínico, y se procedió a la inyección directa de las mismas, con filtrado previo a través de un filtro de 0.45 µm de tamaño de

**TABLA 1. PROCEDIMIENTOS MAS RECIENTES PARA EL ANALISIS DE ACIDOS ORGANICOS POR HPLC EN ZUMOS, MOSTOS Y VINOS**

Preparación muestra	Condiciones CLAE (HPLC)	Detección	Orden de elución	Referencia
Dowex 50Wx8 vinos	Col: Aminex-A25 FM: Formiato Na (0.9N), pH 7.5	IR UV	Galacturónico lac, mal, tar, suc, siq	Symmonds (1978)
Dowex 1x8 vinos	Col: Aminex-A6 y A8 ó M72 FM: MeOH:H <sub>2</sub> O(20:80)	IR	Suc, má, tar, cit, lac, AcH	Rapp y Ziegler (1979)
Carbón activo v.tintos	Col: Aminex-A5 FM: CLH:AcH:H <sub>2</sub> O (0.1:0.1:99.8)	UV(212nm)	Cit, tar, mal, lac, suc	Auguste y Bertrand (1980)
Lewait-M5020 vinos	Col: Bondapak-C18 FM: H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (0.1%)	IR	Tar, mal, lac, AcH cit, suc, fum	Schneyder y Flack (1981)
Resina interc. anion. y cat. + carbón activo	Col: RSil-C-18, HL5 RSil-C18, LL5 Nucleosil C18 y Nucleosil C8 FM: NaClO <sub>4</sub> (0.2M)	UV(220nm)	Galacturónico, tar, mal, lac, cit	Gonet y Marychi (1982)
Resina interc. anion. y cat.	C: a) Hamilton PRP1 b) Propil-NH <sub>2</sub> F: a) HClO <sub>4</sub> (0.03N) b) NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (0.075M)	UV(206nm) IR	Mal, cit, suc	Shaw y Wilson (1983a)
Carbón activo	Col: ShimadzuGel, SCR-101H FM: H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (0.1%)	UV(210)	Cit, tar, mal, AcH, suc	Yokotsuka y col (1983)
BioRex-5 SepPak C18	Col: Aminex HPX-87H FM: H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (0.05N)	IR	Cit, tar, mal, suc, lac, AcH	McCord y col. (1984)
SepPak C18 v. tintos	Col: LiChrosorb RP18 FM: K <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (2%)	UV(220nm)	Tar, mal, cit, fum	Antolín-Mate y Lugar-Abril (1984)
Filtración	Col: Aminex HPX-87H FM: H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (0.065%)	UV(214nm) IR	Mal, tar cit, suc, lac, AcH	Frayne (1986)
Filtración	Col: LiChrosorb RP18 y Bondapak C18 FM: Salicilatos de heptil y octilamina	UV(254) + conductimetría	AcH, glucón, asc, lac, suc, mal, glutar, tar, cit	Genaro y Bertolo (1989)
Filtración	Col: Spherisorb ODS FM: H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	UV(210nm)	Tar, mal, lac, AcH, cit, siq, fum, suc	Marcé y col. (1990)

poro. En soluciones patrón, se consigue la resolución del ácido glucurónico y galacturónico, que coeluyen con los monosacáridos predominantes de este tipo de muestras, glucosa y fructosa, en un pico común cuya posición está al frente del cromatograma

#### REFERENCIAS

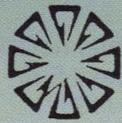
- Amerine, M A . Laboratory procedures for enologist Univ Calif . 1960, p 130.
- Amerine, M A y Ough, C S . Wine and Must Analysis . John Wiley and Sons, Inc . Nueva York, 1973
- Antolín-Mate, M y Lugar-Abril, L . Análisis de ácidos orgánicos en zumos de frutas y vinos por cromatografía en capa fina y líquida de alta eficacia *Alimentaria*, 155 (1984) pp 27-31
- Auguste, M H. y Bertrand, A . Dosage des acides tartrique, malique et citrique dans le moûts et le vins par chromatographie en phase liquide à haute pression . *F.V. O.I.V.* 721 (1980) pp 1-4
- Bandi, Z L y Reynolds, E S . Adsorption and reversed-phase high-performance liquid chromatography of p-nitrobenzyl esters of monohydroxy fatty acids. *J Chromatogr.* 329 (1985) pp 57-63
- Battle, J L., Joubert, R, Collon, Y y Jouret, C . Enzymic determination in continuous flux of L(-)-malate and L-(+)-lactate in grape musts and wines, *Ann Falsif Expert Chim.* 71 [766] (1978) pp 223-7)
- Bissell, P., Ewart, A y Sangtippawan, W . Loading concentrations for tartaric and malic acid for single column HPLC organic acid analysis. *Am J Enol Vitic.* 40 (1989) pp 316-319
- Boehringer Mannheim Methods of enzymatic food analysis. Gebr Parcus KG Munich, 1982
- Brobst, K M. y Lott, C E.. Determination of some components in corn syrup by gas-liquid chromatography of the trimethylsilyl derivatives , *Cereal Chem.*, 43 (1966) pp 35-43
- Bush, H , Hulbert, R B y Patten, U R.. Anion exchange chromatography of acids of the citric acid cycle , *J Biol Chem.* 196 (1952) p 717
- Caccamo, F , Carfagnini, G . Di Lorcia, A y Samperi, R . Improved high-performance liquid chromatographic assay for determining organic acids in wines, *J Chromatogr.* 362 (1986) p 47
- Davis, W A y Hartford, C G . HPLC of carbohydrate products. En G. Charalambous (ed.), *Liquid Chromatographic Analysis of Food and Beverages*. Ac Press, Nueva York, 1979, pp 353-362
- Cooper, M J. y Anders, M W . Determination of long chain fatty acids as 2-naphthacyl esters by high pressure liquid chromatography and mass spectrometry. *Anal Chem.* 46 (1974) p 1849
- Droz, C y Tanner, H . Über die Trennung und quantitative Bestimmung der organischen Säuren in Fruchtsäften un Weinen mittels HPLC . *Schweiz Z Obst-Weinbau.* 118 (1982) pp 434-438
- Frayne, R F, Direct analysis of the major organic components in grape must and wine using high performance liquid chromatography. *Am J Enol Vitic.* 37(4) (1986) pp 281-287
- Genaro, M C y Bertolo, P L . Determination of the principal anionic components in wines and soft drinks by ion interaction reversed-phase HPLC . *J. Chromatogr.* 472 (1989) pp 433-440.
- Goffon, J P, Blanchere, A y Reminiac, C , High performance liquid chromatographic analysis of shortchain carboxylic acids . *Analisis* , 13 (1985) pp 218-225
- Gonnet, C y Marychi, M . High performance liquid chromatographic analysis of shortchain carboxylic acids . *Proc. Euro Conf Food Chem First Verland Chem.* 4 (1982) pp 47-52
- Grushka, E . Durst, H D., Kikta, E J.. Liquid chromatographic separation and detection of nanogram quantities of biologically important dicarboxylic acids . *J Chromatogr.* , 112 (1975) p. 673-678
- Hautala, E . Investigations of the gas-liquid chromatography of fruit acids. *J. Assoc Off Anal Chem.* 49(3) (1966) p. 619.
- Hohorst, H J., L(-)malate Determination with malic dehydrogenase and DPN Methods of enzymatic analysis Academic Press, New York, 1963. pp 328-32
- Horii, Z., Makita, M y Tamura, Y., Gas-liquid chromatographic separation of acids of Krebs cycle as trimethylsilyl [TMS] derivatives, *Chem Ind.* , 34 (1965) p 1494.
- Isherwood, F A., The determination and isolation of the organic acids in fruit. *Biochem. J.* , 40 (1946) p 688.
- Katoh, H , Ishida, T. Kuwata, S I y Kuniwa, H.. Optical resolution of 2-hydroxy acids by high performance ligand exchange chromatography *Chromatographia* 28(9/10) (1989) pp 481-486
- Kawada, K. Kawai S y Kitagawa, H.. Organic acid composition of several fruits . *Kagawa Daigaku Nogakubu Gakujutsu Hokoku.* 36(1) (1984) pp 21-24
- Kliwer, W M . Changes in the concentration of malates, tartrates, and total free acids in flowers and berries of *Vitis vinifera*. *Am J. Enol. Vitic.* 16 (1965) p 92
- Kliwer, W M . Sugars and organic acids of *Vitis vinifera*. *Plant Physiol.* 41 (1966) pp. 923-931
- Llorente, M y Gómez-Cordovés, C . Evolution del contenido en ácidos orgánicos durante la maduración en frutos de *Vitis vinifera* . Resúmenes de la XXIII Reunión Bienal de la Real Sociedad Española de Química. Salamanca 1990, pp 403.
- Marcé, R M . Calull, M., Manchobas, R M . BORRULL, F Y Rius, F X.. An optimized direct method for the determination of carboxylic acids in beverages by HPLC . *Chromatographia*. 29(1/2) (1990) pp 54-58
- Mayer, U K y Busch, I.. Über eine enzymatische Äppelsäurebestimmung in Wein and Traubensaft, *Mitt Gebiete Lebensm Hyg.*, 54 (1963) pp 60-65.
- McCord, J D . Trousdale, E y Ryu, D D Y, An improved sample preparation procedure for the analysis of major organic components in grape must and wine and beverages by HPLC , *Am J. Enol. Vitic.* 35 (1984) pp. 28-29
- Menasti, E , Genaro, M C., Sarzanini, C . Blaiocchi, C . Y Savigniano, M . Dosage par CLHP des principaux acides organiques du vin . *J Chromatogr.* 332 (1985) pp 177-179)
- Miyazaki, S , Suhara, Y y Kobayashi, T . *J Chromatogr.* 39 (1969) pp 88-90
- O I V , Recueil des Méthodes Internationals d'Analyse des Vins . Paris, 1985
- Palmer, J K y List, D M , Determination of organic acids in foods by Liquid Chromatography. *J. Agric Food Chem.* 21(5) (1973) pp 903-906
- Philip, T y Nelson, F E., A procedure for quantitative estimation of malic and tartaric acids of grape juice. *J Food Science* , 38 (1973) pp 18-20
- Rapp, A y Ziegler, A . Bestimmung von Zucker, Glycerin, Alkohol und Carbonsäuren im Trauber most und Wein mit Hilfe der Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie. *Dtsch Lebensmittel-Rdsch.* 75 (1979) pp 396-398
- Rebelein, H . Precise routine determination of tartaric and lactic acid in wine and similar beverages. *Chem Mikrobiol Technol Lebensm.* 2 [2] (1973) pp 33-8.
- Saag, K , 6 Determination of Food Additives by HPLC. En E Macrae (ed ). *HPLC in Food Analysis*, Ac. Press, 1988. pp 186-250.
- Schneyder, J y Flack, W , Determination quantitative des principaux composants acides du vin par CLHP . *F.V. O.I.V.* 749 (1982) pp. 1-5
- Shaw, P E y Wilson, C W , Organic acids in orange, grapefruit and cherry juices quantified by HPLC using neutral resin on propilamine columns , *J Sci. Food Agric.* 31 (1983a) pp 182-184
- Shaw, P E y Wilson, C W , Total citrate content of orange and grapefruit juices . *J Sci. Food Agric.* 34 (1983b) pp. 1285-1288
- Steiner, W , Müller, E., Fröhlich, D y Battaglia, R.. HPLC Bestimmung von Carbonsäuren als p-Nitrobenzyl-ester in Fruchtsäften and wein. *Mitt Geb Lebensmittelunters Hyg.* 75 (1984) pp 37-50.
- Symonds, P., Application de la chromatographie liquide haute performance au dosage de quelques acides organiques du vin, *Ann. Nutr. Aliment.* 32 (1978) pp 957-968
- Tusseau, D y Benoit, C . Routine HPLC determination of carboxylic acids in wines and champagne. *J Chromatog.* 395 (1987) pp. 323-333
- Ulrich, R., 4. Organic Acids. En A.C Hulme (ed.), *The Biochemistry of Fruits and their Products* , Ac Press Inc , Londres, 1970, pp 89-115
- Yokotsuka, K., Matsudo, T. y Kushida, T. Pretreatment of wines with charcoal for determination of organic acids by HPLC with UV detection , *J. Inst Enol Vitic.* , 18 (1983) pp. 7-3
- Zaura, D.S. y Metcalf, J. Quantification of seven tricarboxylic acid cycle and related acids in human urine by gas-liquid chromatography. *Anal Chem.* , 41 (1969) p 1781

# Comités editoriales

En este número abrimos una nueva sección, que se ha considerado puede ser de interés para algunos de los lectores. En ella daremos a conocer el nombre y centro de trabajo de aquellos socios del GCTA que pertenezcan a comités editoriales de revistas científicas. Como punto de partida damos los nombres que hemos podido conseguir hasta el momento, pero para

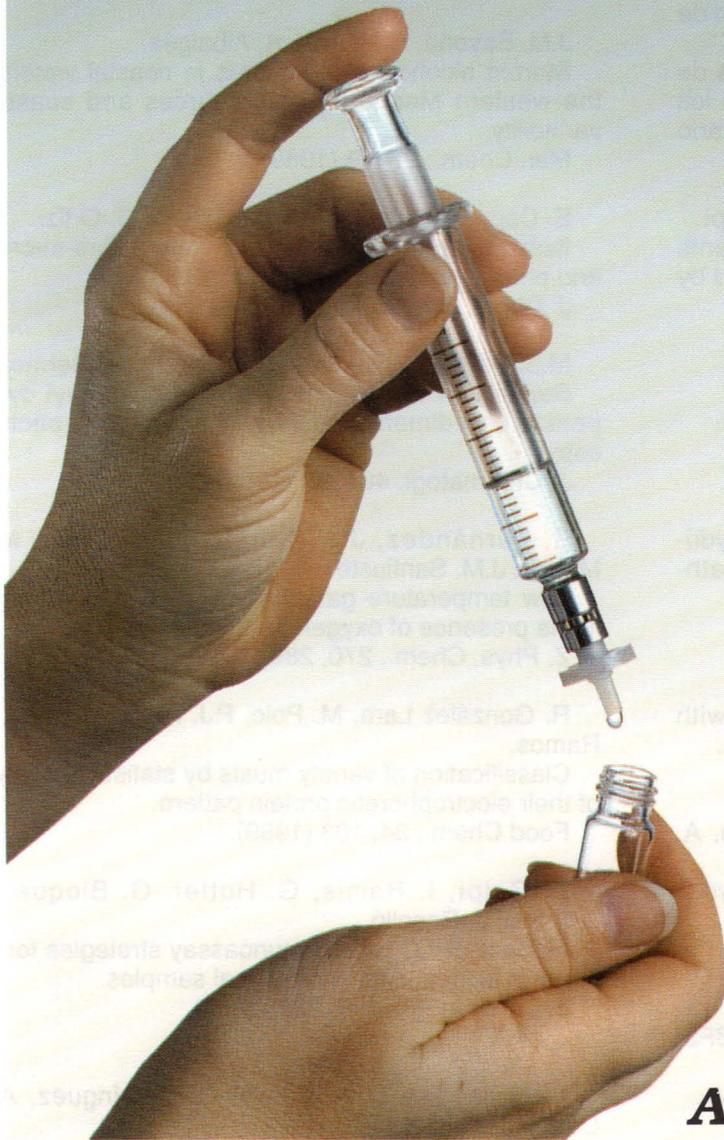
ampliar esta lista, sería necesaria la colaboración de todos, ya que estos datos no son fáciles de conseguir. Así pues, rogamos a todo aquel que sea miembro de algún comité editorial, o conozca a algún miembro del GCTA que lo sea, lo comunique a esta Redacción. Esperamos vuestros comentarios.

<u>Nombre y dirección</u>	<u>Revista</u>
D. Joan Albaigés Riera C.I.D. (CSIC) Jorge Girona Salgado, 18-26 - 08034 Barcelona	International Journal of Environmental Analytical Chemistry.
D. Damià Barceló Culleres C.I.D. (CSIC) Jorge Girona Salgado, 18-26 - 08034 Barcelona	International Journal of Environmental Analytical Chemistry.
D. Emilio Gelpi Monteys (CSIC) Jorge Girona Salgado, 18-26 - 08034 Barcelona	Biological Mass Spectrometry. Journal of Chromatography, Symposium Volumes. Journal of Pharmaceutical Sciences. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis. Rapid Communications in Mass Spectrometry. Spectroscopy International.
D. Issa Katime Amashta Dpto. de Química Física - Facultad de Ciencias Univ. del País Vasco - Apdo. 644 - 48080 Bilbao	Polymer International.
D. Joaquín Plumet Ortega Dpto. de Química Orgánica Facultad de Químicas (UCM) Ciudad Universitaria - 28040 Madrid	Anales de Química
D. Luis M <sup>a</sup> Polo Díez Dpto. de Química Analítica Facultad de Químicas (UCM) Ciudad Universitaria - 28040 Madrid	Anales de Química
D. Enrique Graciani Constante Instituto de la Grasa y sus Derivados (CSIC) Avda. Padre García Tejero, 4 - 41012 Sevilla	Grasas y Aceites
D. José Alberola Matoses Instituto de Agroquímica (CSIC) Jaime Roig, 11 - 46010 Valencia	Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos
Dña. M <sup>a</sup> Dolores Cabezudo Ibáñez Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC) Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid	Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos
Dña. Clara A. Díez de Bethencourt Instituto de Estudios Avanzados Facultad de Ciencias Ctra. de Valldemossa, Km. 7,500 07071 Palma de Mallorca	Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos
Dña. Manuela Juárez Iglesias Instituto del Frío (CSIC) Ciudad Universitaria - 28040 Madrid	Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos



# Gelman Sciences

Membranas y microfiltros desechables



• **Donde cada gota cuenta.**

• **Donde la recogida de gérmenes o su eliminación es necesaria.**

• **Donde la simple eliminación de partículas antes del análisis es preceptiva.**

**Ahí está en todo el mundo**

 **Gelman Sciences**

 **Hucoa-Erlöss**

MADRID 28046

PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL. (91) 733 72 12 (6 LINEAS) TELEX: 23655. FAX: 314 19 04

BARCELONA 08026

AVDA. MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150-152. TELS. (93) 256 24 00 y 256 78 05. FAX: 256 48 88

SEVILLA 41009

C./ HONDEROS, 10, (PLAZA DE LOS NARANJOS). TEL. (954) 37 70 41. FAX: 38 96 12

# Información bibliográfica

## PUBLICACIONES DE LOS SOCIOS DEL GCTA

En este número se continúa con el sistema de recogida de datos que se inició en julio del 90 (volumen 10, nº 1) obteniendo las citas a partir del Chemical Abstracts, nº 111. También se incluyen las de alguno de nuestros socios recientes, que no figuraba en las anteriores listas. Como ya se mencionó en números anteriores, pueden haberse perdido algunos apellidos, especialmente los compuestos, debido a los clásicos problemas de indización de apellidos españoles en el sistema anglosajón. Si algún autor echa en falta sus trabajos, es bueno que nos lo haga saber, con el fin de subsanar la omisión en lo sucesivo.

Si algún lector está interesado en uno o varios de estos trabajos, puede solicitarlos directamente a los autores, consultando sus direcciones en el Anuario 1990, que se publicó en el número anterior.

A. Adell, C. García Márquez, A. Armario, E. Gelpí.  
Chronic administration of clomipramine prevents the increase in serotonin and noradrenalin induced by chronic stress.  
*Psychopharmacol.*, 99, 22 (1989).

T. Adzet, R. Vila, X. Batllori, C. Ibáñez.  
The essential oil of *Thymus moroderi* (Labiatae).  
*Flavour Fragrance J.* 4, 63 (1989).

B. Alcaide, G. Domínguez, J. Plumet.  
Reduction of 4-acyl-lactams with sodium borohydride. A possible dichotomy of stereochemical pathways.  
*Heterocycles*, 29, 217 (1989).

B. Alcaide, G. Domínguez, A. Martín, J. Plumet.  
The behaviour of 4-benzoyl-2-azetidiones with bases. Regioselectivity in their alkylation reactions.  
*Heterocycles*, 29, 715 (1989).

J. Alcañiz, J. Romera, L. Comellas, L. Munne, A. Puigbó.  
Effects of some mineral matrices on flash pyrolysis-GC of soil humic substances.  
*Sci. Total Environ.* 81-82, 81 (1988).

G. Almendros, J. Sanz.  
Compounds released from humic acids upon BF<sub>3</sub>-methanol transesterification.  
*Sci. Total Environ.*, 81-82, 51 (1988).

F. Amat, M.E. Martín, J. Sanz, R. Martínez Utrilla.  
Application of factor analysis to the study of the forms of succinyl fluorescein in buffer solutions in aqueous methanol.  
*Talanta*, 36, 704 (1989).

P. Andrés, J. Ojeda, M. Martínez, J.C. Barreiro  
Incoherent superposition in consonance of Fresnel diffraction patterns.  
*Opt. Pura Apl.*, 21, 25 (1989).

O. Arjona, R. Fernández, A. Mallo, S. Pérez, J. Plumet.  
Stereoselectivity of organometallic reagents addition to 7-oxa-bicyclo[2.2.1]hept-5-en-2-one.  
*J. Org. Chem.*, 54, 4158 (1989).

F. Artigas, M.J. Sarrias, E. Martínez, E. Gelpí, E. Alvarez, C. Udina.  
Increased plasma free serotonin but unchanged platelet serotonin in bipolar patients treated chronically with lithium.  
*Psychopharmacol.*, 91, 348 (1989).

J.M. Bayona, A. Farrán, A. Albaigés.  
Steroid alcohols and ketones in coastal waters of the western Mediterranean: sources and seasonal variability.  
*Mar. Chem.*, 27, 79 (1989).

E. Cepeda, C. González, J.M. Resa, C. Ortiz.  
Isobaric vapour-liquid equilibrium cumene-m-cresol and phenol-m-cresol systems at 13.33 KPa.  
*J. Chem. Eng. Data*, 34, 429 (1989).

M.S. Díez, F.J. Farraras, C.G. Blanco, J. Bermejo.  
Separation and characterization of methyl cyclopentadiene dimers by GC and molecular spectroscopy.  
*J. Chromatogr.* 464, 93 (1989).

E. Fernández, J.A. García-Domínguez, M.J. Molera, J.M. Santiuste.  
Low temperature gas-phase combustion of ethylal in the presence of oxygen-18 molecules.  
*Z. Phys. Chem.*, 270, 289 (1989).

R. González Lara, M. Polo, P.J. Martín Alvarez, M. Ramos.  
Classification of variety musts by statistical analysis of their electrophoretic protein pattern.  
*Food Chem.*, 34, 103 (1989).

E. Gelpí, I. Ramis, G. Hotter, G. Bioque, O. Bulbena, J. Roselló.  
Modern HPLC-radioimmunoassay strategies for the study of eicosanoids in biological samples.  
*J. Chromatogr.*, 492, 223 (1989).

I. Hernández, C. Abradelo, C. Domínguez, A.G. Csaky, J. Plumet.  
Monofunctionalization study of furan-2,5-dicarboxaldehyde. Conformational analysis and model reactions.  
*Heterocycles*, 29, 657 (1989).

L.M. Hernández, M.A. Fernández, M.J. González.  
Total PCBs and PCB congeners in Spanish imperial eagle eggs Bull. Environ. Contam. Toxicol., 43, 925 (1989).

- T. Herráiz, P.J. Martín Alvarez, G. Reglero, M. Herráiz, M.D. Cabezudo.  
Differences between wines fermented with and without sulfur dioxide using various selected yeasts  
*J. Sci. Food Agric.* 49, 249 (1989).
- M I. Iranzo, J. Alberola, P. Cuñat  
Adsorción de aldícab [2-metil-2-(metiltio)-propionaldehído-0-metil-(metil carbamoil)-oxima] en tres suelos de cultivo de cítricos.  
*Rev. Agroquim. Tecnol. Alim.* 29 (1989).
- A. Jordá, M. Portolés, G. Guasch, D. Bernal, G.T. Sáez  
Effect of caffeine on urea biosynthesis and some related processes, ketone bodies, ATP and liver aminoacids.  
*Biochem. Pharmacol.* 38, 2727 (1989).
- A. Larena, G. Pinto  
A simple method for evaluating crystallinity of cellulosic films by spectral scattered light.  
*J. Mater. Sci. Lett.* 8, 925 (1989).
- A. Larena, R. Santos.  
Color stability in epoxy resins.  
*Spectrosc. Lett.* 22, 497 (1989).
- M.E. Legaz, C. Vicente.  
Regulation of urease activity of *Cladonia dendroides* and its photobiont by lichens phenols.  
*Plant Sci.* 63, 15 (1989).
- M.E. León, M.J. Santos, L.M. Polo.  
Flow injection spectrophotometric determination of fluoride based on Alizarine Fluorine Blue in the presence of sodium dodecyl sulphate.  
*Anal. Chim. Acta.* 219, 329 (1989).
- J. Luengo, M.T. Alemany, M.J. Arín, M.T. Díez, F. Salto.  
Synthesis of phenyl acetyl-L-cysteinyl-D-valine disulphide.  
A biosynthetic precursor of Penicillin G.  
*Org. Prep. Proced. Int.* 20, 600 (1988).
- I. Martínez Castro, M.I. Páez, J. Sanz, A. García Raso.  
GC behaviour of carbohydrate trimethyl silyl ethers.  
II. Aldohexoses.  
*J. Chromatogr.* 462, 49 (1989).
- R. Moliner, J.V. Ibarra, M.D. Lagarima.  
Size-exclusion chromatography of pyrolysis and hydrolysis tars from Spanish low-rank coal.  
*Fuel* 68, 1487 (1989).
- A. Olano, M. Calvo.  
Kinetics of lactulose, galactose and epilactose formation during heat-treatment of milk.  
*Food Chem.* 34, 239 (1989).
- M. Pamblanco, M. Portolés, C. Paredes, A. Teu, J. Comin  
Free aminoacids in preterm and term milk from mothers delivering appropriate or small-for-gestational age infants  
*Am. J. Clin. Nutr.* 50, 778 (1989).
- M.A. Partearroyo, F.M. Goñi, I.A. Katime  
Thermodynamic magnitudes of aqueous solutions of the zwitterionic surfactant chaps.  
*J. Colloid Interface Sci.* 132, 22 (1989).
- M.M. Pérez García.  
Hidrocarburos aromáticos policíclicos. Contaminantes ambientales cancerígenos  
*Quím. Ind.* 33, 481 (1989).
- J.M. Pingarrón, A. Domínguez, L.M. Polo.  
Electroanalytical study of succinylsulfathiazole and phthalylsulfathiazole at a glassy carbon electrode.  
*Electroanalysis* 1,317 (1989).
- J. Prat, R. Pamplona, A. Sorribas, S. Martín, M. Vinallonga, R. Segura  
Correlation of plasma lipid fractions colorimetrically determined glycosylated hemoglobin in a nondiabetic population.  
*Metab. Clin. Exp.* 38, 1147 (1989).
- F. Sánchez Rasero, T.E. Romero, C.G. Dios.  
Determination of ethirinol in the presence of some normal soil constituents by LC.  
*J. Chromatogr.* 479, 424 (1989).
- G. Sierra, M. Soto, E. Méndez Alvarez, J. Galán, E. Aguilar.  
Experimental spike-and-wave discharges induced by pentylene tetrazole and tolerance to repeated injections. An electrophysiological and biochemical study.  
*Epilepsy Res.* 4, 139 (1989).
- L. Soler, J. Cañellas, F. Saura.  
Changes in carbohydrate and protein content and composition of developing almond seeds.  
*J. Agric. Food Chem.* 37, 1400 (1989).
- M. Soler, J. Grimalt, J. Albaigés.  
Vertical distribution of aliphatic and aromatic hydrocarbons in mussels from the Amposta offshore oil production platform (Western Mediterranean).  
*Chemosphere* 18, 1809 (1989).
- C. Suñol, J. Tusell, E. Gelpí, E. Rodríguez Farré.  
GABAergic modulation of lindane ( $\gamma$ -HCH) induced seizures  
*Toxicol. Appl. Pharmacol.* 100, 1 (1989).

# SOLUCIONES HEWLETT-PACKARD PARA TODOS LOS LABORATORIOS

En el mercado de la Química Analítica Hewlett-Packard ocupa un puesto de liderazgo gracias, entre otros factores, a la amplitud de la oferta y la calidad y fiabilidad de los productos que fabrica y comercializa, consecuencia todo ello de las grandes inversiones que la Compañía realiza en Investigación y Desarrollo.

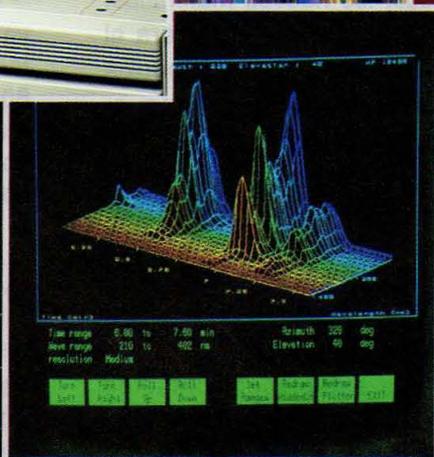
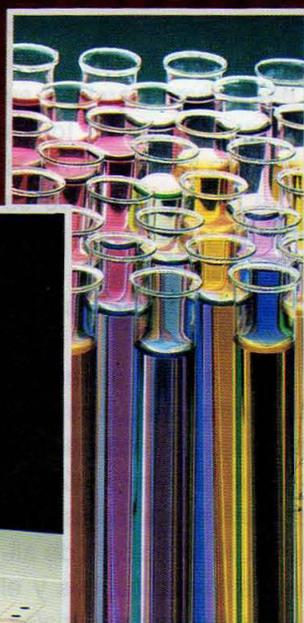
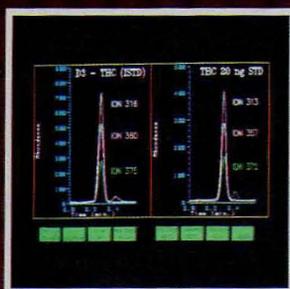
La gama de Instrumentación Analítica de Hewlett-Packard incluye las técnicas de:

- \* Cromatografía de Gases
- \* Cromatografía de Líquidos
- \* Espectrometría de Masas
- \* Espectrometría UV/VIS
- \* Espectrofotometría FT/IR y Emisión Atómica
- \* Sistemas de Automatización de Laboratorio
- \* Sistema de Electroforesis Capilar
- \* Sistema Robotizado de Preparación de Muestras

Y siempre con el compromiso de calidad asumido por Hewlett-Packard en la fabricación de sus productos, desde las fases de planificación y desarrollo hasta las finales de test de funcionamiento.

Con un único propósito: ofrecer unos instrumentos fiables, que funcionen día tras día, año tras año. Con el aumento en la productividad del laboratorio que ello supone.

Y si alguna vez hace falta, es bueno saber también que los instrumentos Hewlett-Packard están respaldados por la mejor organización de soporte a clientes de Europa. Si está Ud. pensando adquirir instrumentación analítica para su laboratorio, consulte con Hewlett-Packard. Tenemos solución para cualquiera que sean sus necesidades.



## RESEÑA DE LIBROS

"Troubleshooting LC systems"  
J.W. Dolan, L.I. Snyder  
Humana Press, Clifton, N. Jersey, 1989

El libro tiene 510 páginas y 132 referencias, repartidas a lo largo de 17 capítulos, que los autores han distribuido en tres partes: problemas en general, problemas instrumentales y problemas de separación.

Un breve capítulo de introducción da paso a la primera parte, "Logical approaches to troubleshooting", que encauza la problemática general a través de un texto muy organizado, y la resume en dos gigantes tablas que ocupan nada menos que cincuenta y nueve páginas. En ellas se recogen de forma sistemática y codificadas todas (o, al menos, la mayoría de) las dificultades que cabe esperar en HPLC. De esta forma, el lector impaciente o sin tiempo para otra cosa no necesita ir más allá. Hay luego un capítulo de interés para los no muy expertos en LC, "Separation basics", que se lee con facilidad. Siguen otros dos, titulados "Principles of troubleshooting" y "Prevention of problems" a los que se puede calificar de genuinamente americanos.

La segunda parte, "Individual LC modules", comprende ocho capítulos, dedicados a recipientes y desgasificación, bombas, tubos, conexiones, inyector, columnas, detectores y sistemas de adquisición de datos, respectivamente. A lo largo de ellos se dan descripciones pormenorizadas de los diferentes sistemas comerciales; se completan con tablas, diagramas y numerosas figuras.

La última parte, "Separation problems", consta de cuatro capítulos. Dos de ellos consideran las dificultades desde el punto de vista de la apariencia del cromatograma: deformación de picos, pérdidas de eficacia y resolución, fluctuaciones de la retención, artefactos, etc. Otro capítulo estudia los problemas del análisis cuantitativo, y el último está dedicado a la elución en gradiente y al pretratamiento de las muestras. Este último tema se trata en sólo diez páginas, que recogen su problemática desde un punto de vista muy general.

El libro está redactado de un modo muy didáctico, ordenado, y posee un buen índice temático. Puede recomendarse a cualquier usuario de la cromatografía de líquidos, pues no sólo le ayudará a solucionar parte de sus problemas, sino que le ayudará a conocer su equipo un poco más a fondo.

## ARTICULOS DE INTERES

T.L. Chester and J.D. Pinkston  
"Supercritical Fluid Chromatography"  
*Anal. Chem.* 62, 12 (1990) 394R-402R.

Es el primero de la serie de artículos de revisión que cada dos años se publican en *Analytical Chemistry*, que se dedica específicamente a la cromatografía de fluidos supercríticos.

Como es habitual en este tipo de artículos, se revisan gran número de trabajos relativos a distintos aspectos de la técnica (teoría, fases estacionarias, fases móviles, instrumentación, acoplamiento con técnicas espectroscópicas y aplicaciones) que han sido publicados en 1988 y 1989.

S.B. Hawthorne  
"Analytical-scale Supercritical Fluid Extraction"  
*Anal. Chem.* 62, 11 (1990) 633A-642A.

El autor describe los fundamentos y aplicaciones de la extracción con fluidos supercríticos así como las posibilidades y limitaciones que supone su uso a escala analítica, para la extracción de compuestos presentes en matrices complejas. Igualmente, se comentan las ventajas de la técnica considerada frente a otros procedimientos habitualmente utilizados para la extracción de compuestos orgánicos.

M. De Weerd, C. Dewaele, M. Verzele and P. Sandra  
"Packing Material Activity in Packed Capillary Column SFC"  
*HRC* 13, 1 (1990) 40-46.

En este trabajo se señalan una serie de problemas provocados, cuando se trabaja en SFC con CO<sub>2</sub> puro como fase móvil, por un elevado grado de la superficie del soporte empleado, como consecuencia de la presencia de metales, impurezas de naturaleza polar y, especialmente, de grupos silanoles. La evaluación de diversas fases estacionarias demuestra la insuficiente desactivación de la superficie del soporte de algunas fases comerciales lo que, en último término, provoca la elución incompleta o distorsionada de algunos compuestos básicos.

G. Schomburg, H. Behlau, U. Häusig, B. Hoening and W. Roeder  
"Quantitation in Miniaturized GC and SFC Systems".  
*HRC* 12, 3 (1989) 142.

Los autores revisan algunos aspectos relacionados con la tecnología de columnas en GC y SFC resumiendo las ventajas del empleo de columnas de diámetro interno < 50 µm. En este sentido, se señalan igualmente algunos criterios de interés para estable-

cer el diseño y modo de operación más adecuados del sistema de introducción de muestras, con vistas a la realización de análisis cuantitativos.

*M. Herráiz*

Lamparski, L.L., Nestrack, T.J., Janson, D. & Wilson, G.

"Development of an HRGC-LRMS system: instrument desing and performance data".

*Chemosphere*, Vol. 20, nº 6, pp. 635-645, 1990

Los procedimientos analíticos para la medida de PCDDs y PCDFs en matrices medioambientales complejas a niveles extremadamente bajos (ppt o ppq) requieren una de las dos técnicas básicas para llevar a cabo estas determinaciones: bien un método exhaustivo de preparación de la muestra para conferir exactitud analítica, o bien una instrumentación altamente sofisticada, pero de alto coste, como la HRGC-HRMS.

En respuesta a estas dos dificultades potenciales en torno al análisis de trazas los autores han construido un instrumento que, combinando el poder de separación de la cromatografía de gases multidimensional con columnas capilares, y la selectividad y facilidad operacional de la espectrometría de masas de baja resolución (LRMS), permite una gran exactitud analítica. Este nuevo instrumento *híbrido* consiste en un horno doble, con columna también doble, bidimensional HRGC-HRGC-LRMS.

Nestrack, T.J., Lamparski, L.L. & Cramm, R.H.

"Procedure and initial results for the determination of low PPQ levels of 2,3,7,8-TCDD and 2,3,7,8-TCDF in polyethylene"

*Chemosphere*, Vol. 22, nº 1-2, pp. 215-228, 1991.

Por ser los isómeros más tóxicos de las policlorodibenzo-p-dioxinas (PCDDs) y policlorodibenzo-furanos (PCDFs), el 2,3,7,8-TCDD y 2,3,7,8-TCDF, es sobre ellos sobre los que más se centran las investigaciones de técnicas de análisis y cuantificación. Los autores describen un procedimiento analítico que, a pesar del largo tiempo consumido en la preparación de la muestra es capaz de detectar de manera fidedigna la presencia de los mencionados isómeros a concentraciones tan enormemente bajas como pueden ser 30 ppq en matrices de polietileno. La preparación de la muestra requiere una disolución de la misma, una precipitación fraccionada y finalmente se filtra. La purificación se lleva a cabo por cromatografía de líquidos de alta resolución bidimensional.

Gonnord, M.F., Ignatiadis, I., Fraisse, D. & Becchi, M.

"Incidence of the column reactivity on the PCDDs and PCDFs GC/MS".

*Chemosphere*, Vol. 19, nº 1-6, pp. 189-194, 1989.

El objetivo del trabajo es evaluar el efecto del empleo o no de adecuados patrones internos para la cuantificación de PCDDs y PCDFs, así como una llamada a la atención sobre el papel que juega la columna cromatográfica (problemas de adsorción de PCDDs y PCDFs) en la cuantificación por GC/MS.

En el estudio establecen una comparación entre columnas capilares de diferentes polaridades (CPSil-88, SP-2332 y BP-5) comúnmente empleadas en el análisis de dioxinas y furanos, habiendo encontrado diferentes factores de respuesta para los diferentes isómeros según el grado de cloración. La determinación de un coeficiente de respuesta para cada isómero asegura una cuantificación más exacta y un cálculo más exacto de los porcentajes de recuperación calculados para todas las etapas que conlleva la preparación de la muestra.

*Begoña Jiménez Luque*

K.J. Hyver, R.D de Veaux

"An Application of Factorial Design to the Development of Fused Silica Capillary Columns".

*HRC*, 12 (1989) 208.

Se pretende en este trabajo optimizar la reacción de entrecruzamiento de la fase estacionaria (polifenilmetilsilicona, 5% fenil) en la preparación de columnas capilares para mejorar la inmovilización del polímero. Para ello se utiliza una media fracción de un diseño factorial a dos niveles con cuatro variables ( $2^{4-1} = 8$  experiencias): Tipo de iniciador (peróxido de dicumilo, peróxido de benzoílo). Concentración del iniciador (0.5, 1.5% p/p). Temperatura de entrecruzamiento (145, 175 °C) y presión de entrecruzamiento (30, 60 psi). El análisis de los resultados de la respuesta utilizada para evaluar la actividad (relación base/ácido) indican que el peróxido de dicumilo es el más adecuado. Para la respuesta índice de retención se establece un modelo de regresión de primer orden mediante el cual se pueden predecir los valores del mismo que se obtendrían a distintos niveles de las variables (es de destacar la existencia en este caso de interacciones de dos variables, puestas de manifiesto por el diseño factorial). La reproducibilidad del comportamiento de la fase ligada se estudia utilizando como respuestas las varianzas obtenidas para el índice de retención y el coeficiente de reparto (para n-pentadecano) en cada grupo de cuatro columnas preparadas en cada una de las condiciones indicadas por el diseño. El conjunto de las cuatro respuestas conduce a elegir las mejores condiciones de entrecruzamiento entre las 8 ensayadas.

R.J. Fisher

"A Self-Optimization Scheme for Automated Supercritical Fluid Extraction Systems".

*Food Technol*, 43 (1989) 90.

El método Simplex o de los simples sucesivos de optimización empírica, con reglas de decisión bastante estrictas, se ha considerado muy adecuado para optimización automatizada; este artículo es un buen ejemplo de ello.

El autor y sus colaboradores han desarrollado un paquete de software específico para obtener las mejores condiciones de trabajo en un equipo de extracción de fluidos supercríticos acoplado a un HPLC. Un primer módulo del software realiza, mediante balances de materia, la validación de los resultados analíticos obtenidos con el HPLC. Estos resultados constituyen la entrada del segundo módulo, que contiene los algoritmos del Simplex, y con el que se obtienen las condiciones a emplear en el próximo experimento. El tercer módulo de software, constituido por algoritmos clásicos de control, recibe los datos del nuevo experimento y ajusta automáticamente el equipo para realizarlo. La muestra resultante de la extracción va al HPLC para su análisis, cerrándose así el ciclo.

Con este esquema se ha optimizado la extracción de  $\alpha$ -tocoferol de una mezcla de diversos tocoferoles en matriz de germen de trigo, utilizando como respuesta la selectividad (g de  $\alpha$ -tocoferol/g resto tocoferoles). Los autores indican como ventajas del procedimiento utilizado la reducción (del 30 al 50%) del número de experiencias realizadas simultáneamente con la obtención de un máximo de información y un acortamiento de cada ciclo experimental.

J. A. Crow, J. P. Foley  
"Optimization of Separations in Supercritical Fluid Chromatography Using a Modified Simplex Algorithm and Short Capillary Columns"  
*Anal Chem.* 62 (1990) 378.

Teniendo en cuenta la ecuación fundamental de la resolución en cromatografía, los autores proponen iniciar la mejora de una separación con la optimización de  $k'$  y  $\alpha$  en función de la densidad de la fase móvil, la temperatura y los correspondientes gradientes.

Utilizan para ello columnas capilares cortas con el consiguiente ahorro de tiempo de experimentación. Si los cromatogramas obtenidos son satisfactorios se habrá finalizado el estudio y se dispondrá de un método rápido de análisis. De no ser así se procederá entonces a cambiar el tercer parámetro,  $N$ , de la ecuación, utilizando columnas más largas.

Se comienza el estudio aplicando el método Simplex modificado (por primera vez en SFC según los autores) a la separación de una mezcla de cetonas de bajo y medio peso molecular disueltas en hexano, con  $\text{CO}_2$  como fase móvil. Las variables estudiadas son el gradiente de densidad y la temperatura de la columna. La función respuesta se basa en la relación de alturas pico-valle que tiende a favorecer picos bien resueltos y tiempos de análisis cortos. La localización de un óptimo global se comprueba reiniciando un nuevo simplex desde otro punto de partida. Para mejorar la resolución del final del cromatograma se realiza otro simplex con las mismas muestra y respuesta estudiando las variables gradiente lineal de presión (con el que se quiere aproximar un gradiente de densidad asintótico) y de temperatura. La mejora más importante obtenida en este caso es una reducción del 33% en el tiempo de análisis.

Un último simplex se lleva a cabo incluyendo, sobre las de los dos primeros, la variable densidad inicial, que determina la temperatura inicial más alta que puede utilizarse sin mezclar el pico del disolvente con el del primer soluto. Se utiliza en este caso la misma función respuesta y como muestra una mezcla de lactonas sesquiterpénicas, cuya separación es más difícil y de interés en usos médicos y agrícolas por la gran actividad biológica de estos compuestos de origen vegetal (también, según los autores, es la primera vez que se aplica SFC a esta separación). El método analítico definitivo emplea una columna 5.5 veces más larga, con el correspondiente ajuste en el gradiente de densidad. Se consiguen buenas resoluciones, aumentando el tiempo de análisis de 3 a 20 minutos.

Javier Tabera

\* \* \*

# Noticias del GCTA

## REUNION CIENTIFICA ANUAL

Tendrá lugar en San Sebastián, del 29 al 31 del próximo mes de octubre.

### Programa científico

Constará de conferencias plenarias sobre temas de interés actual, comunicaciones orales, carteles y mesas redondas. Se impartirán cursos especializados, de un día de duración, sobre técnicas de interés actual.

### Cursos especializados

Tendrán lugar el 28 de octubre (el día anterior a la reunión) sobre los siguientes temas:

a) Cromatografía de gases con columnas capilares.

A cargo de Josep Maria Bayona, Dpto. de Química Ambiental (CID-CSIC). Barcelona.

Sesiones prácticas con equipos Carlo Erba-Fisons.

b) Cromatografía de líquidos en fase inversa.

A cargo de Francesc Xavier Santos. Dpto. de Química Analítica. Universidad de Barcelona.

Sesiones prácticas con equipos Waters-Millipore.

c) Sistemas combinados cromatografía de gases-espectrometría de masas, tipo sobremesa.

A cargo de Damià Barceló. Dpto. Química Ambiental. (CID-CSIC). Barcelona.

Sesiones prácticas con equipos Finnigan-MAT-Kontron Instruments.

Asistencia técnica y de infraestructuras para los tres cursos: Lourdes Canton. Facultad de Ciencias Químicas. Universidad del País Vasco.

### Avance del programa científico

Conferenciantes invitados:

A.F. Fell, School of Pharmacy, University of Bradford, U.K.

Novel strategies in computer-aided LC detection for drugs and metabolites.

K. Grob, Laboratorio Cantonal de Zurich, Suiza. Coupling HPLC-HRGC on line: why? how? with what instrumentation?

J.W. de Leeuw, Delft University of Technology, Holanda.

New perspectives in pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry.

R. Majors, Hewlett-Packard. Avondale. PA. USA. Trends in HPLC column technology.

### Mesas redondas

– Sistemas de tratamiento de datos en cromatografía

Participantes:

Fisons, Hewlett-Packard, Kontron, Merck, Microbeam, Millipore, Perkin-Elmer.

Moderadores: Ll. Comellas y J.O. Grimalt.

– Novedades en fases estacionarias para cromatografía de líquidos.

Participantes:

Hewlett-Packard, Kromxpek, Merck, Microbeam, Millipore, Tecknokroma.

Moderadores: M. Galcerán, J.C. Díez-Masa.

– Criterios de calidad y sistemas de purificación de gases en cromatografía.

Participantes:

Abelló Oxígeno-Linde, Sociedad Española de Carburos Metálicos, Sociedad Española del Oxígeno, Teknokroma.

Moderadores: J. Sanz, C. Dorronsoro.

Los resúmenes de las comunicaciones deberán presentarse antes del 10 de setiembre.

Además de aparecer en el libro de resúmenes, los trabajos completos podrán ser publicados en el Journal of Chromatography

Para más detalles escribir a la Dra. Carmen Dorronsoro, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad del País Vasco, Apdo. 1072, 20080 Sebastián. Tel. 943-21 66 00. Fax 943-21 22 36.

## INFORMACIONES

La Jubilee Medal, que otorga la Chromatographic Society, ha sido concedida en 1990 a Joan Albaigés, por su contribución al análisis medioambiental. El acto tuvo lugar durante el 18 Symposium Internacional de Cromatografía.

Joan Albaigés nació en Tarragona, en 1942 y se doctoró en Química Orgánica, en la Universidad de Barcelona, en 1968. En 1979 fue nombrado jefe del Departamento de Química Ambiental, en el Instituto de Química Bioorgánica (CSIC) y desde 1985 es director del Centro de Investigación y Desarrollo de Barcelona, donde desarrolla trabajos sobre Química Ambiental y Geoquímica Orgánica. Ha publicado más de cien artículos y ocho libros y participa habitualmente en la organización de diversos simposios internacionales.

Es socio fundador del GCTA, del que ha sido vicepresidente. Desde estas páginas le felicitamos cordialmente por el galardón conseguido.

Si desea hacerse socio del GCTA rellene y envíe el siguiente boletín de inscripción a la secretaría:

Dr. Joan Grímall  
Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines  
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)  
Jordi Girona Salgado. 18-26 - 08034 Barcelona

acompañado de la correspondiente autorización bancaria Precio 1991: 2.000 Ptas  
Señale la dirección en la que desea recibir la correspondencia

**REAL SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUIMICA  
GRUPO DE CROMATOLOGRAFIA Y TECNICAS AFINES**

**HOJA DE INSCRIPCION**

Apellidos ..... Nombre .....

Ciudad ..... (CP .....

Calle ..... núm. ....

Industria u organización .....

..... Ciudad ..... (CP .....

Calle ..... núm. ....

Firma

---

Sr. Director del Banco/Caja de Ahorros .....

Sucursal .....

Dirección ..... Ciudad .....

D. ....

con domicilio en .....

y con cta. cte. / libreta de ahorro núm. .... en esta sucursal, ruega a usted se digna dar las órdenes oportunas para que con cargo a dicha cuenta sean abonados los recibos de mi cuota anual de socio que les serán presentados al cobro por la Real Sociedad Española de Química.

Atentamente le saluda,

Firma



# Nuevos socios del GCTA

D. Luis Esteve Balibrea  
Consejería Agricultura, Ganadería y  
Pesca  
Laboratorio Agrario Regional  
Ctra. Mazarrón, Km. 2  
30120 EL PALMAR (Murcia)

Dña. Margarita Fdez. Santamaría  
Laboratorio Agrario Regional  
Polígono Industrial Campollano  
Avda. 2ª, 42  
ALBACETE

Dña. Pilar Díaz del Valle  
Centro de Investigación y Control  
de Calidad  
Avda. de Cantabria, s/n  
28042 MADRID

Dña. Angeles García González  
Universidad de Alcalá de Henares  
Dpto. de Química Analítica  
Ctra. Madrid-Barcelona, Km. 33  
28871 ALCALA DE HENARES  
(Madrid)

D. Arturo Díaz de Barrionuevo  
Escuela Técnica Superior de  
Ingenieros de Montes  
Ciudad Universitaria  
28040 MADRID

D. Lluís Hita Barranco  
Igodá, S.A.  
Buenaventura Muñoz, 10 bis  
08018 BARCELONA

Dña. Mª Desamparados Muñoz Moya  
Facultad de Ciencias Químicas  
Area de Tecnología de Alimentos  
Paseo de la Universidad, 4  
13071 CIUDAD REAL

D. Fernando Díaz López  
Astur-Pharma, S.A.  
Peña Brava, 22B-23  
Polígono Industrial Silvota  
33192 LLANERA

D. Manuel Miró Jodral  
Universidad de Granada  
Dpto. de Farmacología  
Campus de Cartuja  
18071 GRANADA

Dña. Helena Sala Fortuny  
Generalitat de Catalunya  
Baixada de Blanes, 3  
08023 BARCELONA

D. Albert Gonzalo Dalleres  
INCAVI - Estació d'Enologia i  
Viticultura  
Amalia Soler, 20  
08720 VILAFRANCA DEL PENEDES  
(Barcelona)

Dña. Soledad Vera López  
Dpto. Química Analítica  
Facultad de Ciencias  
Universidad de Alcalá de Henares  
Ctra. Madrid-Barcelona, Km. 33  
28871 ALCALA DE HENARES  
(Madrid)

D. Josep Flores Bados  
Empresa Municipal Mixta d'Aigües  
de Tarragona  
Dr. Zamenhoff, 5 baixos  
43001 TARRAGONA

Dña. Mª Carmen Montull Martínez  
Institut Químic de Sarrià  
c/Institut Químic de Sarrià, s/n  
08017 BARCELONA

Dña. Mª Paz González Calvo  
Centro de Experimentación Agraria  
Ctra. de Oviedo, Ap. 13  
33300 VILLAVICIOSA

Dña. Montse Planells Indurain  
Interquim, S.A.  
Joan Buscallà, 10  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES

Sigma-Tau España  
(Atención C. Gordaliza)  
Polígono Industrial Azque  
Ctra. Alcalá-Daganzo, Km. 3,5  
28815 ALCALA DE HENARES  
(Madrid)

D. David Apraiz Goyenaga  
Aigües Municipales d'Alacant  
Alona, 31  
03007 ALACANT

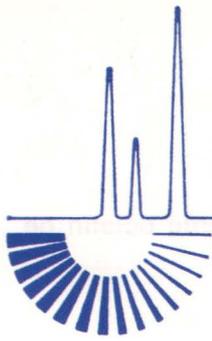
# Empresas colaboradoras

## PROTECTORAS

- HEWLETT-PACKARD  
ESPAÑOLA, S.A.  
Ctra. N-VI, km 16,500  
28230 LAS ROZAS (Madrid)
- HUCOA-ERLÖSS, S.A.  
Pº de la Castellana, 241  
28046 MADRID
- KONIK INSTRUMENTS, S.A.  
Rosario Pino, 18  
28020 MADRID
- PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.  
General Vives, 25-27  
08017 BARCELONA

## ASOCIADAS

- BECKMAN INSTRUMENTS  
ESPAÑA, S.A.  
Avda. del Llano Castellano, 16  
28034 MADRID
- CHEMICONTROL, S.L.  
Avda. Pedro Díez, 25, 3º  
28019 MADRID
- CHROMPACK  
Avda. de América, 58  
28028 MADRID
- FISONS INSTRUMENTS ESPAÑA  
Pº de la Castellana, 172  
28046 MADRID
- IGODA, S.A.  
General Martínez Campos, 41-3º  
28010 MADRID
- INSTRUMATIC ESPAÑOLA, S.A.  
Pº de la Castellana, 127, 2º A  
28046 MADRID
- IZASA, S.A.  
Polígono Industrial Alcobendas  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- KONTRON, S.A.  
Salvatierra, 4  
28034 MADRID
- KROMXPEK ANALITICA, S.A.  
Ctra. Cerdanyola, 65-67  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES  
(Barcelona)
- LASING, S.A.  
Marqués de Pico Velasco, 64  
28027 MADRID
- MAS NIETO, S.A.  
Josep Irla i Bosch, 5  
08034 BARCELONA
- MICROBEAM, S.A.  
Rambla Volart, 38, entlo. 3º  
08026 BARCELONA
- MICRON ANALITICA, S.A.  
Antonia Ruiz Soro, 2  
28028 MADRID
- MILLIPORE IBERICA.  
DIV. CROMATOGRAFICA WATERS  
Entenza, 28  
08015 BARCELONA
- PHILIPS IBERICA, S.A.  
Martínez Villergas, 2  
28007 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DEL OXIGENO  
Paseo de Recoletos, 18-20  
28001 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE  
CARBUROS METALICOS  
Plaza de Cronos, 5  
28037 MADRID
- SUGELABOR  
Sicilia, 36  
28038 MADRID



# lasing, s.a.

DIVISION ANALITICA

 **Spectra-Physics**  
Discover the Quality



- Cromatografía de líquidos (HPLC)
- Sistemas tratamiento de datos
- Integradores
- Columnas cromatográficas BROWNLEE

 **oros**  
instruments



- Purificadores de proteínas
- Detectores ONLINE para tamaño molecular

 **JNTEE**



- Secuenciadores de proteínas
- Colectores de fracciones

 **Molecular Dynamics**



- Densitómetros láser computerizados
- Densitometría directa
- Autoforesis

# lasing, s.a.

Marqués de Pico Velasco, 64  
Tels. 268 36 43/08 79 - Fax: 407 06 24  
28027 MADRID

**SERVILAB**  
Antonio Ricardos, 12-14  
Tel. 352 69 33 - Fax: 352 23 08  
08027 BARCELONA

**AMYMSA**  
Doña Juana de Castilla, 40  
Tel. 58 01 99  
41005 SEVILLA

# EL INTEGRADOR QUE ESTABA ESPERANDO...



**5 años de garantía**

## ...YA ESTA AQUI

### OPCIONES

- Ampliación de memoria a 512 K.
- Ampliación a segundo canal.
- Basic.

 **Spectra-Physics**  
  
**lasing, s.a.**

Marqués de Pico Velasco, 64  
Tels. 268 36 43/08 79 - Fax: 407 06 24  
28027 MADRID

**SERVILAB**  
Antonio Ricardos, 12-14  
Tel. 352 69 33 - Fax: 352 23 08  
08027 BARCELONA

**AMYMSA**  
Doña Juana de Castilla, 40  
Tel. 58 01 99  
41005 SEVILLA

# Congresos celebrados

## Thirteenth International Symposium on Capillary Chromatography

La decimotercera edición del "International Symposium on Capillary Chromatography" se celebró en Riva del Garda (Italia), del 13 al 16 de mayo de 1991 y reunió a más de ochocientos cromatografistas de distintos países.

La conferencia inaugural "Microcolumn Separations: Where do we go from here?" fue impartida por Milos V. Novotny, que previamente fue galardonado con el Premio M.J.E. Golay, en reconocimiento a su labor investigadora. El conferenciante realizó una completa revisión sobre las posibilidades que en la actualidad ofrece el empleo de distintas técnicas cromatográficas de alta resolución y estableció diversas líneas de investigación cuyo desarrollo futuro consideró especialmente interesante.

Se presentaron 24 comunicaciones orales entre las que se incluyeron las que se relacionan a continuación: "Silicon Micromachining Techniques for Miniaturized Separations. Possibilities and Limitations". (J. Roeraade, Sweeden); "Measurement of Quality in Microcolumn Separations". (M.L. Lee, S.R. Sumpter and H.D. Trolley, USA); "Comprehensive Two Dimensional Gas Chromatography" (J.B. Phillips, Z. Liu, C.J. Venkatramani and V. Jain, USA); "Enantioselectivity of Modified Ciclodextrins, Studies on the Interaction Mechanisms" (A. Venema, H.H. Henderiks and R. de Geest, The Netherlands); "Automated Gas Chromatographic Trace Analysis for Monitoring of Volatile Organic Air Pollutants" (H. Frank, Germany); "Pesticide Residue Analysis by Coupled Chromatographic Techniques" (P. van Zoonen, The Netherlands); "Pressure Driven and Electrically Driven Chromatography; The Required Miniaturization", H. Poppe, The Netherlands); "Contribution to Technology and Application of Gel Filled Capillaries for Electrophoresis" (G. Schomburg, Germany); "Enantiomeric Separation by Micellar Electokinetic Chromatography" (S. Terabe, Y. Ishihama, Y. Miyashita and K. Otsuka, Japan); "Liquid Chromatography/Capillary Electrophoresis" (J.W. Jorgenson, USA); "On-Line Coupled of Supercritical Fluid Extraction with Multidimensional Microcolumn Supercritical Fluid Extraction with Multidimensional Microcolumn Liquid Chromatography-Gas Chromatography" (H.J. Cortes, S. Green and R.M. Campbell, USA); "Effects of the Column Pressure Drop on Retention and Efficiency in Packed and Open-Tubular Supercritical-Fluid Chromatography" (J.A. Rijks, H.M.J. Snijders, H.G. Janssen, C.A. Cramers and P.J. Schoenmakers, The Netherlands) y "Extraction with Supercritical Fluids" (H. Engelhardt, J. Zapp and P. Haas, Germany).

Se presentaron más de 300 posters, agrupados en diferentes sesiones que incluían las siguientes denominaciones: general-teoría, tecnología de columnas,

fases estacionarias, inyección y análisis de trazas, extracción con fluidos supercríticos, microcolumnas, métodos electroforéticos, acoplamiento de técnicas cromatográficas, acoplamiento de técnicas cromatográficas y espectroscópicas, cromatografía de fluidos supercríticos y diversas aplicaciones.

Se celebraron varias mesas redondas en las que se comentaron ampliamente diversos aspectos teóricos y prácticos sobre separación de enantiómeros, análisis de dioxinas y furanos, extracción con fluidos supercríticos y tecnología de columnas para métodos de electromigración. Igualmente, se celebraron varios seminarios y durante todo el congreso se mantuvo una exposición de distintas firmas comerciales.

Entre los distintos temas considerados en las diferentes sesiones, se puede destacar el creciente interés demostrado hacia el estudio de la enantioselectividad de nuevas fases quirales y del acoplamiento de cromatografía de gases, con especial énfasis en los problemas relativos a la introducción de volúmenes elevados de muestra en el sistema gascromatográfico.

Con posterioridad a la reunión se celebró un cursillo, que fue impartido por K. Grob, sobre el acoplamiento "On-Line HPLC-HRGC".

En lo que se refiere a la presentación de trabajos de autores españoles, se puede destacar el hecho de que, aunque no fue muy numerosa, sí supone un considerable aumento con respecto a ediciones anteriores de este congreso.

En conjunto, la asistencia a una reunión estructurada como el "Thirteenth International Symposium on Capillary Chromatography" permite un interesante intercambio de opiniones entre cromatografistas y, debido a la diversidad y amplitud de los temas considerados, puede ser útil tanto para aquellos cromatografistas interesados en un tema concreto, como para los que realizaron una primera toma de contacto con la técnica y desean adquirir una información general sobre las amplias posibilidades que la cromatografía ofrece en la actualidad. A este respecto, es interesante recordar la iniciativa del comité organizador, que se mantendrá en futuras ediciones, en el sentido de conceder becas para facilitar la asistencia al congreso a jóvenes científicos.

Gran parte de los trabajos presentados en este congreso se publicarán en el *Journal of High Resolution Chromatography* y en el *Journal of Microcolumn Separation*.

El "Fourteenth International Symposium on Capillary Chromatography" se celebrará en Baltimore, MD USA, del 25 al 29 de mayo de 1992. Las personas interesadas en presentar sus trabajos deberán enviar un resumen de 300 palabras, antes del 1 de noviembre de 1991, al Prof. Dr. P. Sandra, University of Gent, Krijgslaan 281-S4, B-9000, Gent, Belgium.

*M. Herráiz*

### III JORNADAS DE ESPECTROMETRIA DE MASAS

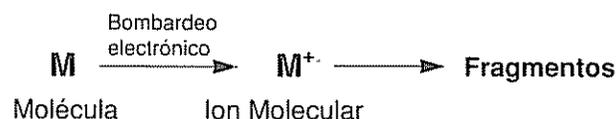
Se celebraron en Toledo, organizadas por la empresa Hewlett-Packard, durante los días 4 y 5 del pasado mes de junio. El primer día se impartieron una serie de conferencias de interés general, a cargo de conocidos especialistas, y el segundo se dedicó a actividades de interés para los usuarios de sistemas Hewlett-Packard, tales como la fundación de un club de usuarios, presentación de novedades, sesión de carteles, etc. La reunión fue muy satisfactoria, tanto por el elevado número de asistentes como por el nivel de las conferencias y el intercambio de información conseguido.

A continuación se incluyen los resúmenes de las conferencias, que sus autores y el director de Hewlett-Packard han tenido la gentileza de autorizar-nos a reproducir.

#### ESPECTROS DE MASAS

*Por el doctor Gabriel Tojo, director del Servicio General de Espectrometría de Masas, Universidad de Santiago de Compostela*

Cuando una molécula se somete a ionización por impacto electrónico en un espectrómetro de masas el proceso primario consiste en la abstracción de un electrón para dar un **catión-radical**. Este catión radical se trata del **ión molecular** y tendrá mayor o menor tendencia a fragmentar en función de su estabilidad. Los iones moleculares muy estables tendrán poca tendencia a fragmentar y serán muy abundantes.



Factores que hacen que una molécula dé iones moleculares muy estables (abundantes) son la aromaticidad y la presencia de ciclos.

Así nos encontramos con que un compuesto aromático suele tener el ión molecular muy abundante, siendo muy a menudo el ión más abundante del espectro (**pico base**). En el benceno, naftaleno, quinolina y otras moléculas aromáticas sencillas el ión molecular es el pico base.

La presencia de ciclos, no necesariamente aromáticos, hace que los iones moleculares sean más abundantes, ya que la fragmentación de un compuesto cíclico suele implicar la ruptura de dos enlaces. En contrapartida en un compuesto lineal la ruptura de un sólo enlace implica una fragmentación. Esto se ve reflejado en el espectro del n-hexano, que presenta un ión molecular menos abundante que el del ciclohexano.

Los fragmentos más abundantes de un espectro de masas nos dan una información valiosísima sobre la estructura de una molécula. El noventa por ciento de los picos más altos de un espectro serán aquellos que respondan a los iones más estables. La interpre-

tación de un espectro de masas se realiza aplicando la sencilla regla que se expone a continuación:

**Una molécula fragmentará en un espectrómetro de masas de manera tal que se formarán los iones más estables.**

La estabilidad de un ión se puede estimar siguiendo algunas reglas muy sencillas. La situación de una carga en un sólo átomo es energéticamente desfavorable. Un ión será más estable cuando la carga del mismo se puede repartir entre varios átomos. Esta regla la podemos desarrollar con los principios expuestos a continuación:

– **Un carbocatión será tanto más estable cuantos más carbonos tenga directamente unidos.**

Esto conduce al conocido orden de estabilidad: carbocatión terciario > carbocatión primario > catión metilo.

Este orden de estabilidad explica los espectros de los hidrocarburos saturados.

La razón de este orden está en el fenómeno de hiperconjugación que hace que la carga del carbocatión se pueda deslocalizar sobre átomos adyacentes cuando aquél esté directamente unido a algún carbono.

– **La unión directa de algún anillo aromático a un carbocatión aumenta su estabilidad.**

Esto conduce a la conocida estabilidad de los cationes bencílicos y a la existencia de un pico alto a masa 91 en prácticamente todos los compuestos bencílicos.

El fenómeno de resonancia que hace que la carga positiva del carbocatión se pueda deslocalizar sobre el sistema aromático explica esta estabilización.

– **La unión directa de algún heteroátomo a un carbocatión aumenta su estabilidad.**

Este efecto estabilizante es tanto mayor cuanto más pequeño sea el heteroátomo.

Las fragmentaciones principales de aminas, éteres, sulfuros, haluros y compuestos carbonílicos son las llamadas  $\alpha$ -rupturas, donde generamos cationes estabilizados por heteroátomos.

Esta estabilización se debe a un efecto resonante que permite que la carga positiva del carbocatión se deslocalice sobre el heteroátomo.

#### IDENTIFICACION DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN ALIMENTOS POR ESPECTROMETRÍA DE MASAS

*Por el doctor Jesús Sanz Perucha, colaborador científico del C.S.I.C. Instituto de Química Orgánica, Madrid*

La aplicación de la espectrometría de masas (MS) a la determinación de compuestos volátiles en alimentos se basa en su integración, generalmente junto con técnicas de preparación de muestra y de separación cromatográfica, en métodos de análisis cualitativos y cuantitativos.

Los recientes avances en instrumentación, como las técnicas de acoplamiento LC/MS, los métodos de ionización como el FAB, los sistemas MS/MS, han abierto nuevos campos de aplicación de la espectrometría de masas en el análisis de alimentos. Sin embargo, incluso una instrumentación sencilla puede servir para el desarrollo de métodos en diversas aplicaciones de interés práctico y teórico, como se indica en los siguientes ejemplos.

### 1. Compuestos responsables del aroma.

La determinación de los compuestos volátiles de los alimentos con el objetivo de identificar los responsables de su aroma es quizá el campo de aplicación de la espectrometría de masas que más actividad muestra en la actualidad. Estos compuestos se encuentran en muy pequeñas cantidades en los alimentos en forma de mezclas complejas, requiriéndose para resolverlas una combinación de sensibilidad y resolución que son precisamente las características fundamentales del acoplamiento cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS).

Un ejemplo ya clásico de esta aplicación es la elucidación del componente causante del aroma típico del pomelo. Para ello se partió de 100 litros de zumo de pomelo comercial, que se fraccionó por destilación/extracción, cromatografía en columna y doble cromatografía de gases preparativa. La fracción resultante se analizó por GC/MS, encontrándose que uno de sus componentes minoritarios, cuya estructura se determinó por MS como 1-p-menten-8-tiol era el responsable. Su umbral de detección es de los más bajos conocidos (2 mg en 100.000 Tm de agua).

Métodos más sencillos pueden tener interés práctico, como el desarrollado en nuestro laboratorio para la determinación de volátiles en quesos mediante el análisis por GC/MS de la fracción obtenida mediante SDE.

### 2. Transformaciones por tratamiento térmico. Sistemas modelo.

El procesado o cocinado de los alimentos aumenta la complejidad de su composición. El empleo de sistemas modelo simplifica la labor de análisis de la muestra real, proporcionando buenos espectros de compuestos que estarán presentes en ella en muy pequeñas cantidades, mientras que la comparación de los resultados cuantitativos proporciona información sobre el carácter de los procesos que tienen lugar durante el tratamiento.

El tratamiento térmico de la leche puede caracterizarse por la presencia de compuestos procedentes de la degradación térmica de sus azúcares, que se encuentran en cantidades traza. La espectrometría de masas permite obtener alguna información estructural sobre ellos, recurriendo a la formación de derivados más volátiles.

### 3. Determinación de origen.

La composición de un alimento está relacionada con su procedencia, por lo que debe poder utilizarse para determinar ésta. Para ello se procesan mediante ordenador datos cuantitativos obtenidos normalmente

mediante GC; los compuestos con poder de discriminación se identifican mediante GC/MS. La aplicación de este método a los componentes volátiles del vino permite distinguir entre distintos tipos, tratamientos o procedencias. Las trazas SIM o el espectro de masas total de los volátiles producto de desorción o de pirólisis, obtenido por una técnica suave de ionización, pueden también utilizarse con este propósito. Distinto fundamento tiene el empleo de la MS para diferenciar alimentos de distinta procedencia en base a las relaciones isotópicas D/H y  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  en la muestra.

### 4. Compuestos de baja volatilidad.

Existen numerosos componentes de los alimentos cuya baja volatilidad impide el registro de sus espectros por los métodos habituales. Sin embargo, en los últimos años se han desarrollado una serie de avances en la instrumentación que han permitido ampliar el rango de aplicación de la espectrometría de masas a compuestos no volátiles. Entre ellos cabe destacar los métodos de acoplamiento LC/MS y de ionización para compuestos no volátiles que han permitido el análisis de lípidos, carbohidratos y péptidos, junto a otros compuestos de interés bioquímico.

Por otro lado, una instrumentación más limitada permite el análisis de compuestos lábiles o de baja volatilidad a través de los derivados apropiados. Así se pueden analizar aminoácidos, oligopéptidos y azúcares. Los productos de pirólisis de compuestos no volátiles pueden analizarse por GC/MS o MS.

### 5. Contaminantes.

La composición natural de los alimentos puede encontrarse alterada por sustancias extrañas, cuya posible toxicidad determina el peligro de su consumo. Existen diversos tipos de contaminantes, de cuyo carácter químico y concentración depende el método de análisis a utilizar.

Así, ciertos plásticos utilizados en el envasado de alimentos incorporan en su fabricación aditivos de peso molecular no muy elevado. Estos compuestos pueden migrar al alimento con el que están en contacto. La variedad de posibles aditivos, junto con la sensibilidad requerida hacen necesario el empleo de GC/MS para la identificación de estos compuestos, tanto en el plástico original como en el alimento envuelto: la determinación cuantitativa de compuestos presentes en baja concentración puede requerir el empleo de SIM.

## ESPECTROMETRÍA DE MASAS EN ALIMENTACIÓN Y MEDIO AMBIENTE

*Por la doctora María Dolores Herce, jefa de sección de Metodología Física, Centro Nacional de Sanidad Ambiental, Instituto de Salud Carlos III, Majadahonda, Madrid.*

El propósito de esta conferencia es exponer la aplicación de la técnica de Espectrometría de Masas en la resolución, de una serie de diversos problemas sanitarios que se han presentado en nuestro laboratorio, debidos a contaminantes de origen vario:

### 1. Residuos procedentes del mal uso de productos fito o zoonosanitarios.

a) En melones que presentaban mal olor se encontraron residuos de 2-cloro 4-bromofenol, producto de degradación del plaguicida Profenofos, con el que habían sido tratados

b) En la carne de cabrito que manifestaba olor extraño después de la cocción, se detectaron residuos anormalmente altos de  $\alpha$  y  $\mu$  HCH

### 2. Metabolitos de microorganismos.

a) En aguas de la cuenca fluvial del pantano de San Juan se evidenció la presencia de Geosmina, metabolito de algas

b) En sobaos pasiegos se identificó como causante del olor a hidrocarburos, el Isopreno, producido por una contaminación fúngica

### 3. Vertidos industriales.

a) En un río próximo a una almazara se identificaron alcohol bencílico y benzaldehído como responsable del olor extraño del agua.

b) Detección de estireno monómero, dímeros y trímero del mismo, como posible causa de la muerte de peces del río donde diversas factorías vertían sus desechos.

### 4. Migraciones de productos químicos del envase al alimento.

a) Determinación del diclorobenceno en agua y aceite envasados en botellas PVC.

b) Identificación de n-Decano en el interior del envase de verduras congeladas.

c) Estudio de la degradación de Bisfenoles del material polimérico de biberones, que producían en los niños trastornos digestivos

### 5. Adiciones fraudulentas.

a) Estudio de la degradación de la cloropicrina a monocloro y diclorometano. Y presencia de estos compuestos en vinos fraudulentamente tratados con cloropicrina.

b) Identificación de estimuladores del crecimiento para ganado en piensos y sus residuos en vísceras y orinas de los animales.

## APLICACIONES ACTUALES Y FUTURAS DE LA ESPECTROMETRÍA DE MASAS EN EL CONTROL DE DOPAJE

*Por la doctora Cecilia Rodríguez Bueno, directora del Laboratorio de Control de Dopaje, Consejo Superior de Deportes, Madrid*

El control del dopaje gira en torno a los análisis que se realizan, en los laboratorios debidamente acreditados, como medio demostrativo de una posible infracción a las normas que prohíben el dopaje en el deporte. Estos análisis se llevan a efecto, sin diagnóstico clínico previo, sobre un pequeño y limitado volumen de una muestra fisiológica de orina, recogida a un deportista en cualquier momento del día, con el

fin de detectar en ella, en plazos muy cortos, la posible presencia de algún principio activo que se pueda identificar como una de las sustancias dopantes o alguno de sus metabolitos.

Es innegable que, por una parte, la estructura y las propiedades químicas de todos estos principios activos, y por otra, la garantía y fiabilidad exigida internacionalmente a los análisis de control de dopaje, condicionan la elección de la metodología analítica más idónea que se ha de desarrollar para, a pesar de las limitaciones inherentes a la normativa del control y a la naturaleza de la muestra a analizar, conseguir optimizar los resultados analíticos al máximo.

Las sustancias dopantes que se deben poder identificar, en un análisis de control de dopaje, se clasifican en función de sus **características químicas**, formándose, con esta directriz, el mínimo número posible de grupos químico-analíticos en los que deben integrarse la mayor cantidad de sustancias dopantes y de sus metabolitos que sea factible, siempre que no vaya en detrimento de la sensibilidad y la especialidad máxima que se ha de alcanzar. Y por otra parte, todos los procedimientos de preparación de muestras se encuentran influidos por las **características químico-farmacológicas** de estas sustancias, en función de las cuales se planifica la preparación de la muestra, en sus correspondientes partes alícuotas, dirigida hacia su posterior analítica instrumental.

En el control del dopaje, las técnicas analíticas de elección son la cromatografía, básicamente utilizada por sus propiedades como método de análisis de detección e identificación previa, y la espectrometría de masas, como procedimiento de confirmación analítica.

La técnica de espectrometría de masas, unida a la cromatografía de gases, empleada tanto en modo SIM como en SCAN, representa un papel decisivo en el desarrollo de un análisis de control de dopaje y en la emisión de su resultado: hoy por hoy es inconcebible, y por lo tanto imposible, que al evaluar un análisis, se pueda informar su resultado como positivo si esta decisión no se basa en los datos de identificación proporcionados por la espectrometría de masas aplicada a través del proceso analítico y, sobre todo, en su recta final confirmativa. Es decir, la presencia, en la muestra fisiológica de orina, de cualquier principio activo –sustancia dopante o metabolito suyo–, cromatográficamente detectado, bien por cromatografía de gases o de líquidos, ha de confirmarse mediante la espectrometría de masas, en forma SCAN siempre que ello sea factible, en función de la concentración del principio activo en la muestra; en caso contrario, se habrá de recurrir a la forma por SIM, pero eso sí, modificando las condiciones cromatográficas establecidas para una identificación previa, o formando diferentes derivados que los obtenidos para la detección preliminar de la sustancia.

Sin que la cromatografía de gases/espectrometría de masas, GC/MS, pierda ni un ápice de protagonismo en la analítica actual de control del dopaje, la unión de la cromatografía de líquidos con la espectrometría de masas, LC/MS, proporciona nuevas e interesantes posibilidades que permiten planificar y desa-

rollar nuevas metodologías de aplicación en este campo analítico, sobre todo en lo referente al análisis de algunos grupos de sustancias dopantes cuyas propiedades bioquímicas impiden su análisis directo por cromatografía de gases, condicionando la confirmación de su identificación, por GC/MS, a un acondicionamiento previo de la muestra largo y costoso.

Como reto pendiente se presenta la posibilidad de poder identificar, mediante la espectrometría de masas, aquellas otras sustancias dopantes cuyas características químicas impiden en la actualidad la aplicación práctica de esta técnica. Es de esperar que este horizonte, que parece lejano, se aproxime rápidamente, y que el futuro se convierta, en este caso, en cualquier momento, en un presente real.

## **PRESENTE Y FUTURO DE LA ESPECTROMETRÍA DE MASAS**

*Por el doctor Emilio Gelpí, Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC), Barcelona*

Durante muchos años la espectrometría de masas ha sido conocida como una técnica analítica altamente sensible y específica pero limitada a moléculas neutras o de reducida polaridad, de bajo peso molecular y suficientemente termoestables, lo cual resultaba imprescindible para su volatilización e introducción en la fuente de ionización del instrumento en donde eran ionizadas por métodos de impactos electrónico o ionización química.

Estas limitaciones han sido recientemente superadas por el desarrollo de las modernas técnicas de desorción/ionización en fase líquida mediante aplicación de técnicas de bombardeo de la muestra con partículas pesadas (FAB y SIMS), con fotones (desorción por láser), con partículas de fisión nuclear (desorción de plasma) o bien por aplicación de energía térmica o eléctrica en caudales líquidos (termpulverización (TSP) o electropulverización (ESI)). En este último caso el proceso se controla de forma que se consigue una efectiva pulverización de la fase líquida formándose aerosoles con carga eléctrica inducida por adición de electrolitos volátiles (TSP) o por acción de un potente campo eléctrico (ESI). Los iones generados en el seno de cada gota del aerosol en su trayecto hacia el analizador de masas se desorben por evaporización obteniéndose la relación masa/carga característica de cada molécula analizada en instrumentos equipados con analizadores de campo magnético, campo eléctrico (cuadruolos) o de tiempo de vuelo.

La gran ventaja que aportan estas nuevas técnicas de ionización que efectivamente han revolucionado el campo de la espectrometría de masas es que, aparte de facilitar el acoplamiento HPLC-espectrómetro de masas, han abierto el campo de aplicaciones a moléculas altamente polares, incluso iónicas, no volátiles, de elevadísimo peso molecular (> 1.000) y termolábiles.

Por ejemplo, en el caso del FAB, la muestra disuelta en una matriz de glicerol se somete al impacto de átomos pesados de alta energía cinética lo cual produce un chisporroteo (sputtering) de iones quasimoleculares  $(M+H)^+$  o  $(M+H)^-$ . No obstante, aunque de este modo se obtiene información directa sobre el peso molecular, la información estructural suele ser limitada. Ello puede contrarrestarse mediante las técnicas de disociación inducidas por colisión (MS/MS). Dichas técnicas aportan información estructural sobre cada uno de los iones primarios obtenidos por desorción permitiendo, por ejemplo, la caracterización de biopolímeros intactos de alto peso molecular, como proteínas, glicoproteínas, etc. Por ejemplo, el proceso de desorción/ionización por láser puede generar iones moleculares de más de 200.000 daltons, los cuales se analizan en instrumentos de tiempo de vuelo o de sector magnético para masas inferiores. Sin embargo, en la actualidad el proceso de electropulverización que puede producirse a presión atmosférica (API) y que, por lo tanto, elimina la necesidad de una fuente de iones, induce iones de carga múltiple en aquellas moléculas que como muchas proteínas pueden aceptar hasta 100 cargas positivas en sus respectivos residuos básicos. Ello conlleva la posibilidad de analizar moléculas de elevadísimo peso molecular en cuadruolos convencionales con rango de masas de 10-2000 daltons, ya que la masa efectiva de una molécula de peso molecular 100.000 en la que se han generado 100 cargas positivas, se desplaza a un valor de masa/carga equivalente a 1.000 daltons.

Dentro de las posibilidades futuras de la técnica de espectrometría cabe citar los recientes trabajos de acoplamiento de la electroforesis capilar con la espectrometría de masas con resultados ciertamente espectaculares en cuanto a especificidad y límites de detección así como el rápido desarrollo de los sistemas de confinamiento de iones (ion traps) o cuadruolos tridimensionales que por su pequeño tamaño y al permitir realizar múltiples determinaciones (MSn) pueden proporcionar mucha información analítica a un costo realmente reducido.

# Calendario de actividades

## 12th INTERNATIONAL MASS SPECTROMETRY CONFERENCE (IMSC)

Tendrá lugar en Amsterdam del 26 al 30 de agosto de 1991. El programa científico cubre todos los aspectos de la espectrometría de masas: teoría, fundamentos, aplicaciones e instrumentación; todo ello repartido entre conferencias plenarias, conferencias sobre temas específicos y comunicaciones en forma de cartel. A continuación se reseña el plan de conferencias:

### Conferencias plenarias

R.G. Cooks (West Lafayette, U.S.A.) Mass spectrometers: instrumentation.

E. Gelpí (Barcelona, España). Trends in biochemical and biomedical applications of mass spectrometry.

J. van der Greef (Leyden, The Netherlands). Hyphenated methods in mass spectrometry.

G.M. Hieftje (Bloomington, U.S.A.) Plasma-source mass spectrometry.

A.G. Marshall (Columbus, U.S.A.) Fourier transform ion cyclotron resonance.

L. Radom (Canberra, Australia) A theoretical approach to gas phase ion chemistry.

E.W. Schlag (Munich, F.R.G.) Laser multiphoton ionization mass spectrometry.

M. Speranza (Viterbo, Italy). Gas phase ion chemistry versus solution chemistry.

B.U.R. Sundqvist (Uppsala, Sweden). Desorption methods in mass spectrometry.

### Conferencias sobre temas específicos

T.A. Baillie (Seattle, U.S.A.) Advances in the use of mass spectrometry for studies on drug metabolism and toxicology.

A. Benninghoven (Münster, F.R.G.) SIMS and surface analysis.

J.J. Boon (Amsterdam, The Netherlands). Pyrolysis mass spectrometry.

R.M. Caprioli (Houston, U.S.A.) Continuous flow FAB.

A.W. Castleman, Jr. (University Park, U.S.A.) Reactions and properties of clusters.

A. Dell (London, Reino Unido). Carbohydrates.

C.G. Enke (East Lansing, U.S.A.) Time-of-flight mass spectrometry.

R.L. Foltz (Salt Lake City, U.S.A.) Forensic applications.

M.L. Gross (Lincoln, U.S.A.) Charge-remote fragmentations.

H.-Fr. Grützmacher (Bielefeld, F.R.G.) Mechanisms of ionic gas phase reactions.

W.J. van der Hart (Leyden, The Netherlands). Photodissociation.

K.G. Heumann (Regensburg, F.R.G.) Isotope dilution mass spectrometry.

R.A. Hites (Bloomington, U.S.A.) Environmental applications.

J.L. Holmes (Ottawa, Canadá) The present state and utility of ion thermochemistry.

A.P. de Leenheer (Ghent, Belgium). Quantitative biomedical mass spectrometry.

C. Lifshitz (Jerusalem, Israel). Applications of theory to unimolecular fragmentations.

R.E. March (Peterborough, Canadá) Ion trap mass spectrometry.

R. Marx (Orsay, France). Dynamics of ion/molecule reactions.

T. Matsuo (Osaka, Japan). High masses.

J.A. McCloskey (Salt Lake City, U.S.A.) Nucleotides and nucleic acids.

F.W. McLafferty (Ithaca, U.S.A.) Neutralization-reionization mass spectrometry.

C.T. Pillinger (Milton Keynes, Reino Unido). Geochemistry and extraterrestrial chemistry.

W.J. Richter (Basel, Suiza). Peptides and proteins.

H. Schwarz (Berlin, F.R.G.) Organometallics.

L.N. Sidorov (Moscow, U.S.S.R.) High temperature studies.

R.R. Squires (West Lafayette, U.S.A.) Flowing-afterglow and SIFT techniques.

K. Varmuza (Vienna, Austria) Chemometrics in mass spectrometry.

### Otras actividades

Simultáneamente tendrá lugar una gran exhibición bibliográfica y comercial, que incluirá equipos de masas en funcionamiento. Para más información, dirigirse a:

12th IMSC Secretariat  
c/o RAI Organisatie Bureau  
Amsterdam Bv  
Europaplein 12  
1078 GZ Amsterdam, Holanda  
Fax: 31-20-46 44 69; a partir de marzo: 31-20-646 44 69

## V ENCONTRO GALAICO-PORTUGUES DE QUIMICA

Tendrá lugar en La Coruña, del 21 al 23 de noviembre de 1991, dedicándose al tema del medio ambiente. Está organizado por la ANQUE de Galicia, el Colegio Oficial de Químicos y la Sociedad Portuguesa de Química. Los temas a tratar se distribuyen en las seis áreas siguientes:

1. Aguas naturales y residuos.
2. Residuos sólidos.
3. Contaminación atmosférica, ruido y radiaciones.
4. Suelos. Incendios forestales.
5. Gestión medioambiental.
6. Técnicas de control del medio ambiente.

En todas las áreas están previstas conferencias plenarias, ponencias y sesiones de presentación de comunicaciones (orales y carteles).

El plazo de recepción de trabajos finaliza el 15 de octubre. Para más información, escribir a:

V Encontro Galaico-Portugués de Química  
Colegio de Químicos-ANQUE Galicia.  
Rua Urzáiz, 1, 2ª dcha.  
36201 Vigo.

### **8th DANUBE SYMPOSIUM ON CHROMATOGRAPHY**

Tendrá lugar en Varsovia, del 2 al 6 de setiembre de 1991, organizado por la Comisión de Análisis Cromatográfico de la Academia Polaca de Ciencias.

Las conferencias, comunicaciones, sesiones de discusión y exposiciones comerciales, cubrirán todos los aspectos de la cromatografía y de las técnicas afines.

Para más información, escribir a:

Prof. Janusz Lipkowski  
Institute of Physical Chemistry  
Polish Academy of Sciences  
Kasprzacka 44/52  
01-224 Warsaw, Polonia.

### **9th INTERNATIONAL BIOANALYTICAL FORUM**

Tendrá lugar del 3 al 6 de setiembre próximo, en Guilford, Surrey (Reino Unido).

La reunión se dedicará al estudio bioanalítico de drogas en sangre. Los temas a cubrir incluyen: análisis de fármacos varios (antialérgicos, antiasmáticos/broncodilatadores), con especial referencia a algunos problemas (labilidad, estereoselectividad e interferencias), preparación de muestra, desarrollo y optimización de métodos analíticos. Entre las técnicas a considerar figuran: HPLC, SFC, CZE, MS, NMR y robotización.

Los resúmenes serán publicados por la Royal Society of Chemistry. Para más información, escribir a:

Dr. E. Reid  
Guilford Academic Associates  
72 The Chase  
Guilford, Surrey GU2 5UL  
Reino Unido.

### **11th INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON HPLC OF PROTEINS, PEPTIDES AND POLYNUCLEOTIDES**

Tendrá lugar en Washington, D.C., del 20 al 23 de octubre de 1991.

El programa incluye conferencias, carteles y sesiones de discusión. Especialistas destacados revisarán las tendencias actuales y perspectivas de futuro en diferentes temas, que incluyen:

- separaciones electrocinéticas

- tecnología de columnas
- conformación de proteínas y comportamiento cromatográfico
- estudios estructurales en polipéptidos
- polinucleótidos
- polisacáridos
- proteínas de membrana
- cromatografía de afinidad
- aplicaciones analíticas
- preparación de muestras
- cromatografía preparativa de biopolímeros
- electroforesis de alta resolución
- sistemas integrados de purificación
- detectores bioespecíficos
- control de procesos
- recuperación de proteínas recombinantes.

Para más información escribir a:

Barr Enterprises  
P.O. Box 279  
Walkersville, Maryland 21793, USA  
Fax 3 01-898-5596.

### **THIRD WORKSHOP ON CHEMISTRY AND FATE OF MODERN PESTICIDES**

Tendrá lugar en Bilthoven, Holanda, del 4 al 6 de setiembre, y está organizado por la International Association of Environmental Analytical Chemistry.

La temática a cubrir incluye química ambiental y analítica (GC, LC, GC-MS, LC-MS, SFC-MS) ecotoxicología y modelos ambientales para pesticidas fosforados, nitrogenados y sulfurados.

Para más información, escribir a:

Pesticides Workshop Office  
Dr. P. van Zoonen, RIVM  
P.O. Box 13720 BA  
Bilthoven, Holanda.

### **"KYOTO 92" INTERNATIONAL CONFERENCE ON MASS SPECTROMETRY**

Tendrá lugar en Kyoto, Japón, del 20 al 24 de setiembre de 1992, bajo los auspicios de la Mass Spectroscopy Society of Japan y la Japanese Society for Biomedical Mass Spectrometry.

El congreso pretende revisar el estado actual de la espectrometría de masas en biología, incluyendo instrumentación, métodos y aplicaciones, en forma de conferencias, comunicaciones orales y carteles.

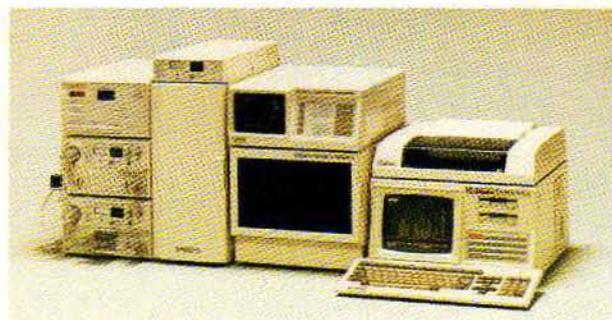
En el comité científico, formado por especialistas de distintos países, figura como único español Emilio Gelpí, presidente del GCTA.

Para más información, o para conseguir la segunda circular, escribir a:

The Secretariat of BMS Kyoto  
c/o Institute of Physics  
College of General Education  
Osaka University  
Toyonaka, Osaka 560 Japón  
Fax 81-6-855-7621.

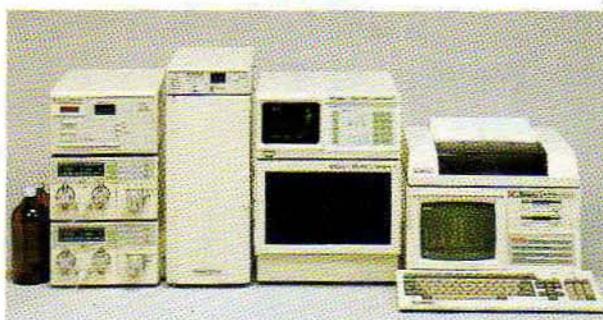
# SHIMADZU HPLC

LC-6A



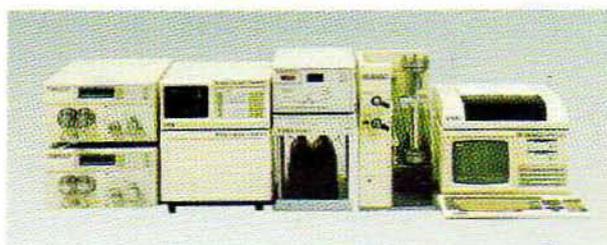
ANALITICO

LC-9A



INVESTIGACION

LC-8A



PREPARATIVO

## SU ELECCION EN HPLC

Consúltenos. Le atenderemos desde la más próxima de nuestras 18 delegaciones en España



**DELEGACION CATALUÑA:** 425 01 00. **BILBAO:** 476 13 50. **GIJON:** 35 67 46.  
**GRANADA:** 28 07 50. **LAS PALMAS:** 28 21 48. **MADRID:** 653 71 99.  
**MALAGA:** 39 28 87. **MURCIA:** 29 87 11. **PALMA DE MALLORCA:** 28 91 71.  
**SANTANDER:** 25 30 16. **SANTIAGO DE COMPOSTELA:** 58 28 00.  
**SALAMANCA:** 24 09 70. **SEVILLA:** 436 41 66. **TENERIFE:** 61 60 51.  
**VALENCIA:** 347 66 25. **VALLADOLID:** 23 59 27. **ZARAGOZA:** 56 04 46.

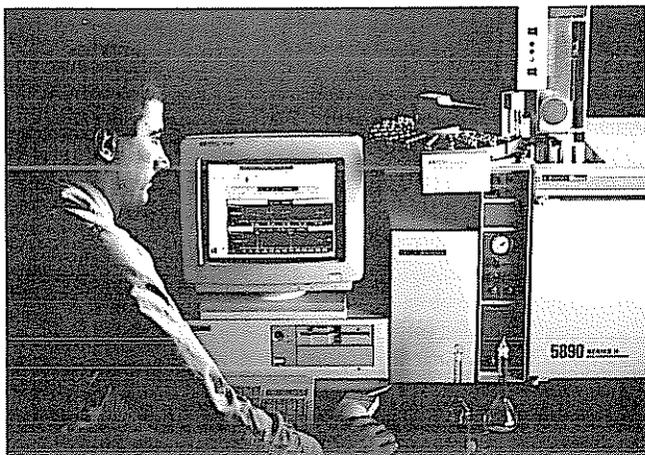
# Novedades técnicas



## LAS NUEVAS PRESTACIONES INCORPORADAS AL SISTEMA DE GC/MS HEWLETT-PACKARD CONTROLADO POR PC LE HACEN AUN MAS RAPIDO Y PRODUCTIVO

Al sistema GC/MS de Hewlett-Packard controlado por PC se le han incorporado una serie de mejoras importantes, entre ellas el primer software para espectrometría de masas que corre en Windows 3.0 de Microsoft (R). Este software puede correr junto con otros programas Windows 3.0. Una integración más rápida y las mejoras introducidas en el hardware aumentan el rendimiento y la velocidad del análisis. Lleva asimismo incorporado un nuevo generador de informes muy potente y adaptable a las necesidades del usuario. Existe una amplia gama de configuraciones capaz de satisfacer necesidades específicas, lo que puede suponer un ahorro considerable.

\* \* \*



Hewlett-Packard anuncia el lanzamiento de un sistema de cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS) controlado mediante un PC con un software Windows 3.0 de Microsoft (R). Las grandes mejoras introducidas en el software y en el PC dan como resultado una mayor rapidez de análisis y una mayor productividad para el laboratorio. Las nuevas prestaciones especiales le convierten en el instrumento ideal para aquellos laboratorios con un volumen de análisis de tipo medio.

El sistema GC/MS consiste en un detector selectivo de masas (MSD) HP 5971A, un cromatógrafo de gases HP 5890 serie II, varios controladores ChemStation donde elegir, un software GC/MS más potente que corre en Windows 3.0 de Microsoft y, o bien una impresora HP Deskjet 500 o una LaserJet Serie III con tarjeta LaserMaster. Unos PC más potentes y una amplia gama de unidades de disco potencian al sistema.

## Realice mayor número de tareas simultáneas de forma más rápida utilizando Windows 3.0

El nuevo sistema es el único del mercado equipado con un software de espectrometría de masas que corre en Windows 3.0. La capacidad de multi-tareas se ve potenciada gracias al uso de la memoria expandible de 3 ó 4 Megabytes y a la necesidad de un menor acceso al disco durante la adquisición de datos. Como resultado de todo ello, pueden realizarse simultáneamente más tareas y de forma más rápida, algo que supera la posibilidad de foreground/background, típica de otros sistemas GC/MS controlados por un PC.

## Mejores análisis GC/MS

El MSD HP 5971A produce espectros reales, clásicos, que pueden ser comparados con los espectros de la librería para proceder a la identificación positiva de los compuestos objeto de estudio y de los desconocidos. Aquellos laboratorios que cuentan ya con un MSD HP 5971A controlado por un PC Vectra de HP pueden ampliar su sistema con el nuevo software, una forma económica de aumentar la velocidad de los análisis GC/MS y la productividad. Los usuarios del MSD HP 5970B pueden ampliar sus sistemas y beneficiarse así de las prestaciones del nuevo software. El software utiliza una interfase de usuario a base de menús, más fácil de utilizar, lo que simplifica el programa y el manejo de datos.

## Mayor productividad para laboratorios pequeños dedicados a análisis de medio ambiente

El MSD HP 5971A soporta sintonización DFTPP y BFB, con lo que la productividad del laboratorio se ve aumentada. Un nuevo integrador de alta velocidad, diseñado para el análisis de compuestos de interés, hace una integración tres o cuatro veces más rápida. Este integrador, sofisticado, programable en el tiempo va, asimismo, incluido en el sistema.

## Potente generador de informes adaptados a las necesidades del usuario

El sistema incluye el software Excel de Microsoft (R) que puede correr concurrentemente con el software GC/MS en una ventana aparte. Un nuevo programa para la realización de informes adaptados al usuario combina los resultados GC/MS con las prestaciones de Excel en cuanto a estadísticas y formateado se refiere. Los menús del software de espectrometría de masas (MS) hacen fácil de utilizar las prestaciones del Excel en cuanto a manejo de datos, cálculos, realización de gráficos y tablas para el análisis y presentación de datos. Se pueden emitir informes adaptados al usuario sin necesidad de escribir macros y pueden realizarse tablas de tendencias y QC. A través de la unión dinámica entre las aplicaciones MS y el software Excel, cualquier cambio en los datos del MS queda reflejado automáticamente en la presentación Excel.

## Impresión más rápida de los datos del análisis

Disponemos de impresoras HP LaserJet Serie III con tarjetas LaserMaster. Esta combinación aumenta

de tres a cinco veces la velocidad de impresión de otros sistemas anteriores, haciéndola especialmente útil en aquellas aplicaciones que precisen una rápida impresión de datos, como sucede con la identificación de datos de interés

### Otras ventajas

La nueva ChemStation MS es compatible con el software DOS de HP para las ChemStations GC y LC. Si así se desea, un laboratorio puede trabajar con los softwares de MS, GC y LC por separado, en un mismo sistema. Una ventaja adicional es la posibilidad de utilizar las más de 1 000 aplicaciones realizadas por otras compañías, tales como Excel de Microsoft (R), Pagemaker (R) and Microsoft (R) Word para Windows.

### Sistemas completos, especiales para ahorrar dinero

De los softwares completos GC/MS, controlados por un PC-DOS existen dos configuraciones fijas, que resultan bastante más económicas que si se compran los elementos por separado. Los sistemas GC/MS completos están compuestos por un PC controlador, un MSD HP 5971A, un GC HP 5890 serie II, una impresora HP y un software GC/MS MS(R)-DOS Windows 3.0 de Microsoft y el Excel Windows de Microsoft (R).

El sistema estándar incluye una ChemStation MS Vectra HP QS 16/S y una impresora HP Deskjet 500; el sistema más potente incluye un Vectra HP 386/25 y una impresora HP LaserJet Serie III con tarjeta LaserMaster y es adecuado para aquellas aplicaciones que necesitan un rendimiento mayor.

Ambos equipos incluyen un sistema de integración HP y la instalación y soporte del software y del hardware.

Otras configuraciones pueden incluir el PC Vectra HP QS/16S el nuevo Vectra HP 386/25 o el nuevo Vectra HP 486/25.

Microsoft y MS son marcas registradas de Microsoft Corporation U.S.A.

Pagemaker es una marca registrada de Aldus Corporation, U.S.A.

## PERKIN-ELMER

### AUTOSISTEMA CROMATOGRÁFICO

#### Exactitud, precisión, reproducibilidad, confianza, automatismo.

El autosistema es un conjunto que integra el cromatógrafo de gases, con o sin inyector automático, que proporciona características óptimas y flexibilidad máxima.

### CROMATOGRÁFO DE GASES

— El autosistema se controla a través de 35 teclas de membrana. Una pequeña pantalla de dos líneas de 20 caracteres cada una, muestra la información sobre el estado del instrumento. Pueden generarse, editarse o almacenarse hasta 5 métodos cromatográficos automáticos.

— Puede llevar hasta dos inyectores, dos detectores y dos válvulas de inyección de gases. El inyector de columnas empaquetadas, con un rango de temperatura hasta 450 °C, puede adaptarse para columnas capilares de 530 µm para inyección de vaporización directa como para inyección on-column automática. El inyector Split-Splitless, optimizado para mínima discriminación de la muestra es compatible con el inyector automático. La válvula del divisor de flujo se controla mediante software.

— Puede equiparse con dos detectores. El FID está específicamente diseñado para el uso de columnas capilares no requiere la utilización de gas adicional. El tiempo de respuesta del FID se controla por software con un filtro de señal seleccionable, para optimizar la relación señal/ruido especialmente cuando se usan columnas capilares.

El ECD, tiene un límite de detección de menos de 50 femtogramos de lindano, compatible con columnas capilares. Temperatura máxima de utilización 450 °C.

El detector de conductividad térmica, utiliza un diseño de microcélula de cuatro filamentos, compatible con columnas capilares de hasta 320 µm de d.i., sin gas adicional. Los filamentos están protegidos mediante una combinación de software y hardware.

El espectrómetro de masas Q-Mass 910 cuadrupolo y el espectrómetro de masas por trampa de iones ITD-50. Descritos posteriormente. PID/HECD.

— Control por ordenador.

El autosistema puede conectarse a un ordenador-controlador externo. Una vez establecidas las comunicaciones externas, cualquier aspecto del proceso del autosistema puede visualizarse e implementarse desde un programa basado en PC, como el Turbocrom 3

### IDENTIFICACION, MODELO Q-MASS 910

— Posibilidades exclusivas de sintonización (Tunning).

Mediante un método único, llamado Optic-Tune se consiguen fácilmente todos los criterios de la EPA para los DFTPP y BFB. Para conseguir los resultados del Optic Tune, se combinan las relaciones DOIRT y las energías del ión con la masa con un preciso control por ordenador. Este método exclusivo, marca un hecho diferencial con los otros equipos existentes.

— Diseño innovativo de la cámara de ionización.

La cámara de ionización del Q-Mass 910, permite un cambio rápido y fácil. Es de diseño sencillo y consta de una pieza con el filamento, cámara y óptica para iones.

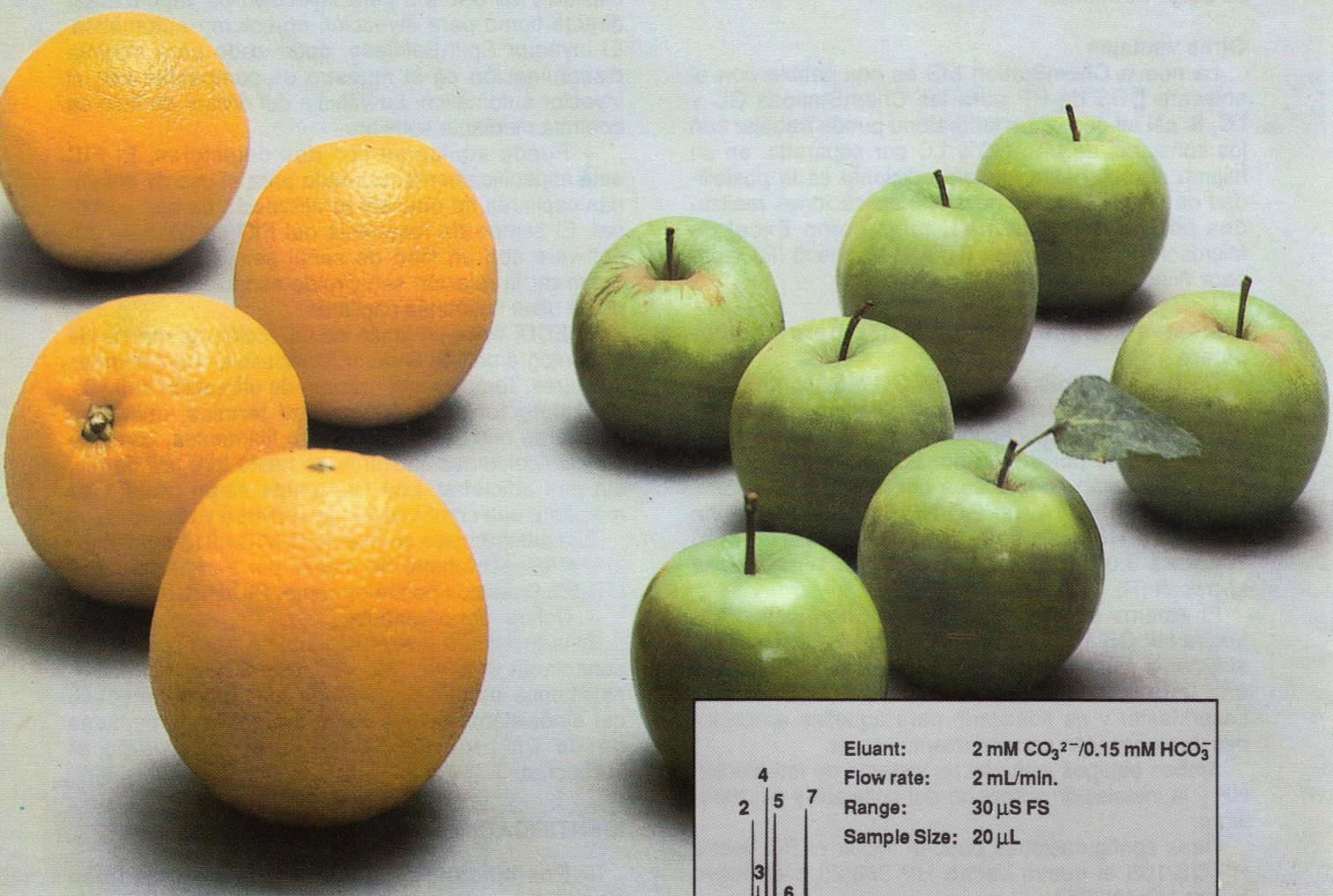
— Software y librería oficial de la NIST.

La búsqueda en la librería de espectros se efectúa con el software (opción) del NIST (National Institute of Standards and Technology) del gobierno de USA, la base de datos contiene 54.000 compuestos.

El software NIST, nos permite la búsqueda de un compuesto, fórmula, peso molecular y el número de registro CAS.

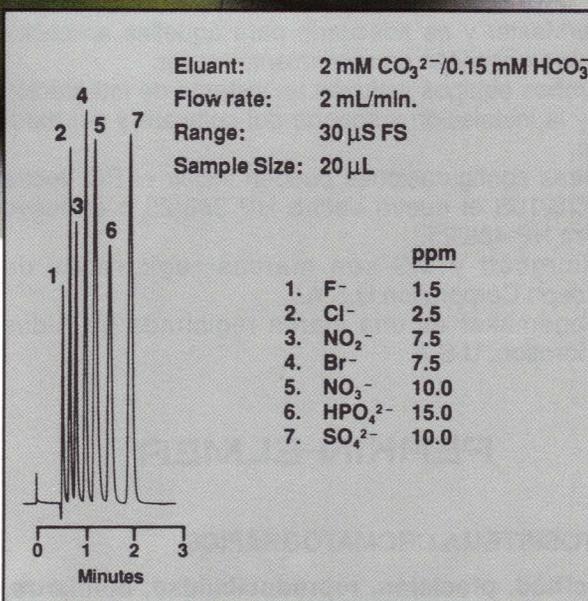
— Rápido sistema de bombeo.

El modelo Q-Mass 910 tiene el sistema de bombeo más rápido conocido, entre otros espectrómetros del mismo tipo. El tiempo completo para obtener un espectro de fondo, desde el arranque es de cinco minutos. Existen otras ventajas asociadas con este



**DIONEX**

## LA COMPARACION NO ES POSIBLE



- Análisis de aniones y cationes.
- Análisis de carbohidratos.
- Análisis de aminoácidos.



**MADRID 28046**  
 PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL. (91) 733 72 12 (6 LINEAS) TELEX: 23655. FAX: 314 19 04  
**BARCELONA 08026**  
 AVDA. MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150-152. TELS. (93) 256 24 00 y 256 78 05. FAX: 256 48 88  
**SEVILLA 41009**  
 C./ HONDEROS, 10, (PLAZA DE LOS NARANJOS). TEL. (954) 37 70 41. FAX: 38 96 12

rápido bombeo, como un rapidísimo cambio de columna, fuente de ionización y sistema de limpiado. El rápido bombeo, hace que el tiempo de espera en GC/MS ya no sea considerado, ahorrándonos algunos miles de dólares en los costes de operación, consiguiendo más tiempo útil para análisis de muestras.

- Sistema de vacío turbomolecular

El Q-Mass 910, utiliza una bomba de vacío limpia, enfriada por aire, sin aceite y lubricación. La bomba está fabricada por Leybold Corporation, el mayor suministrador mundial en la tecnología del vacío. Las bombas turbomoleculares, son los estándares industriales para los espectrómetros de masas.

Además de estas envidiables características, el sistema ofrece las especificaciones que los cromatografistas han estado esperando en un GC/MS de mesa: sensibilidad al nivel de nanogramos (picogramos en SIM), control del autosistema cromatográfico, un sistema de datos fácil y flexible y la posibilidad de utilizar columnas capilares y empaquetadas. El Q-MASS 910 convierte su tiempo en oro, es fácil de mantener y de amigable uso.

## INTRODUCCION DE MUESTRAS

Espacio de cabeza, modelo HS-40

- Inyector de espacio de cabeza automático, que puede utilizarse con cualquier cromatógrafo. Bandeja de 40 viales.

- Diseñado para cualquier metodología que use columnas capilares, incluyendo "on-column".

- Inyecta la muestra, según la técnica de equilibrio de presión. La muestra se introduce directamente a la columna y a su presión evitando su discriminación.

- Diferentes modos de trabajo y técnicas especiales: MHE, extracción de espacio de cabeza múltiple PM, modo progresivo. CF, crioconcentración. RM, modo de reciclo. VS, agitador de viales. BF, inversión de flujo. HP, llenado de alta presión.

- Aplicaciones.

Volátiles en agua, suelos, alimentos, bebidas, drogas, cosméticos, polímeros, aire.

Determinaciones, agua en diferentes matrices, toxicología forense y microbiología.

## DESORCION TERMICA (modelo ATD-400)

- Sistema de desorción térmica completamente automático, con capacidad para 50 muestras.

- Dos etapas de desorción, obteniendo bandas de inyección requeridas para cualquier tipo de columna capilar.

- Se conecta con cualquier tipo de cromatógrafo y cualquier tipo de columnas.

- Se superan por un factor de 2000, los límites de detección.

- Se evita el uso de disolventes peligrosos como el CS y su interferencia con los primeros picos del cromatograma.

- Los tubos son reutilizables y el rendimiento de la desorción es del 100%.

- Aplicaciones.

Contaminación atmosférica, higiene laboral, aromas, perfumes, vinos, bebidas, especias, pinturas, fenoles, residuos de incendios, componentes volátiles

en papel, monómeros en polímeros, disolventes en productos farmacéuticos

- Permite el análisis de nanogramos de los componentes de interés en presencia de agua

## INTEGRADOR PERSONAL 1010

- Ocupa el espacio de un integrador clásico, y además es un PC con una pantalla gráfica de alta resolución y posibilidad de utilizar ratón. Puede seguirse en la pantalla la evolución del perfil cromatográfico sin necesidad de papel

- Permite almacenar datos en diskettes de 3 1/2 PC compatibles o bien utilizar su disco duro de 20 MB para almacenar cientos de cromatogramas y posteriormente reprocesarlos o elaborar informes.

- Versatilidad: puede incorporarse a *cualquier* cromatógrafo de gases o líquido que se encuentre en el mercado. Puede configurarse con uno o dos canales simultáneos de detección.

- Elija la impresora que prefiera: compacta, de alta velocidad, láser, de chorro de tinta..., siempre PC compatible

- Puede utilizarlo para ejecutar sus programas para PC: Lotus 1-2-3, WS...

## MODELO 2600

- Primer sistema de tratamiento de datos cromatográficos sobre PC. Mínimos requerimientos de hardware. Alto grado de compatibilidad: datos transferibles a Lotus 1-2-3, dBase III...

- Posibilidad de reprocesado de cromatogramas por lotes, integración manual, comparación, suma y resta de cromatogramas.

- Utilización de interfases inteligentes *exclusivas de PE NELSON*: La interfase trabaja independientemente del ordenador: posibilidad de trabajar con otros programas, procesadores de texto, hojas de cálculo... o incluso *apagar* el ordenador, mientras la interfase sigue almacenando cromatogramas.

- Gran variedad de software opcional: Destilación simulada, cromatografía de exclusión molecular (GPC)...

- Hasta 15 cromatógrafos simultáneamente (30 detectores).

## TURBOCHROM 3

- Última tecnología en sistemas de tratamiento de datos cromatográficos sobre PC: control de cromatógrafos, validación instrumental, ensayo de idoneidad del sistema (SST)... todo ello desarrollado sobre Windows/3<sup>R</sup> nuevo estándar en interfases gráficas con el usuario.

- Sistema multitarea: Adquisición de datos, edición de métodos de análisis, elaboración de informes... todo ello al mismo tiempo en diferentes ventanas.

- Nueva interfase LINK de PE Nelson. Permite el control de condiciones de cromatógrafos e inyectores automáticos multimarca. Cuatro instrumentos con una única interfase.

- Validación de interfases cromatográficas: controla periódicamente diferentes parámetros de trabajo: ganancia, desviación, nivel de respuesta..., siguiendo normativas GLP.

- Hasta 15 cromatógrafos (30 canales).  
Visualización de todos los cromatogramas en pantalla a tiempo real.

## ACCESS\*CHROM

- Sistema multiusuario, multicanal y multitarea. Utiliza ordenadores VAX de Digital Equipment Corporation que constituyen actualmente un estándar industrial.

- Aprovechamiento máximo del estándar Ethernet de comunicaciones. Desaparece el problema de la distancia entre instrumentos y ordenador.

- Gran facilidad de aprendizaje y utilización así como gran potencia de cálculo y posibilidades gráficas.

- Utiliza interfases inteligentes PE Nelson directamente conectadas a la red Ethernet.

- Permite el control de las condiciones del instrumento dentro del método analítico mediante las interfases de la serie LINK.

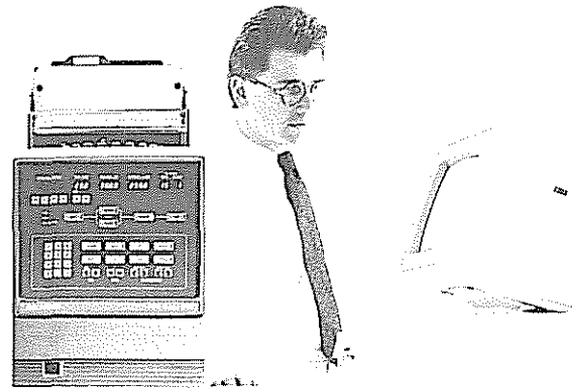
- Validación de interfases mediante el módulo de validación 500\*IVM.

- Permite la auditoría total del sistema, métodos analíticos y reprocesado de cromatogramas de acuerdo con las normativas GLP sobre reconstrucción histórica y auditoría.

- Amplias posibilidades de software opcional: cromatografía de exclusión molecular, calibración por agrupamientos, ensayo de idoneidad del sistema (SST)...

- Potente generador de informes que permite al usuario diseñar el formato deseado y que puede incluir cálculos matemáticos o estadísticos. Capacidad de integración de los informes con procesadores de texto con la consiguiente facilidad para la edición de artículos, cartas, informes, etc.

- Gestión de colas de trabajo con inclusión de estándares y calibraciones. Calibración ilimitada en número de componentes y concentraciones. Ajustes punto a punto, lineal, cuadrática o cúbica con paso o no por el origen.



## ¿Qué es el P/ACE™ System 2000?

P/ACE™ significa Electroforesis Capilar Preparativa/Analítica. El P/ACE™ System 2000 es un equipo de electroforesis totalmente automático y programable, que permite la separación de una gama muy variada de diferentes tipos de muestras en una columna capilar de sílica fundida. La columna capilar se encuentra alojada en un *cartucho* extraíble, que permite ser termostatazada a través de la circulación de un líquido inerte por su interior. Las muestras son inyectadas automáticamente de dos formas a elegir: presión o voltaje. La separación de los componentes de la muestra se efectúa por su diferente comportamiento electroforético; en su desplazamiento hacia el electrodo pasan por la ventana de detección, constituida por el propio capilar, donde empleando un detector UV de longitud de onda variable se realiza la detección en continuo. Los datos obtenidos se envían a un registrador, integrador o computador para su archivo y análisis mediante paquetes de software como el System Gold.

El resultado final obtenido es un electroforegrama análogo a un cromatograma obtenida por HPLC.

Las muestras objeto de análisis incluyen aminoácidos, péptidos, proteínas, oligonucleótidos, ácidos nucleicos y glicoproteínas. El P/ACE™ System 2000 ha sido diseñado de forma que precisa un volumen mínimo de muestra para efectuar el análisis, habitualmente utiliza volúmenes de muestra de 5 microlitros, de los cuales tan sólo precisa inyectar entre 10 y 50 nanolitros.

El tiempo de análisis es muy rápido; las separaciones electroforéticas pueden realizarse hasta en segundos, aunque los tiempos normales transcurren de 10 a 30 minutos.

La electroforesis capilar también ofrece una sensibilidad muy elevada (femtomol  $10^{-15}$ ) y eficacia (superior a un millón de platos teóricos) de separación.

El P/ACE™ System 2000 ha sido diseñado pensando en el futuro. El empleo de columnas capilares en *cartucho* extraíble permite utilizar diversas técnicas de separación: geles de poliacrilamida, enfoque isoeléctrico, electroforesis en columna abierta con modificaciones de la pared interior del capilar, etc., ofreciendo múltiples posibilidades de selectividad. El detector de diseño modular permitirá complementarlo por otros de nuevo desarrollo (conductividad, fluorescencia, inducida por láser, radiactividad), ampliando sus posibilidades de detección en la misma medida que las necesidades se generen.

Contacte con Beckman Instruments España, S.A.  
Avda. del Llano Castellano, 15.

# BECKMAN

INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

## P/ACE™ SYSTEM 2000

### SISTEMA DE ELECTROFORESIS CAPILAR

#### Introducción

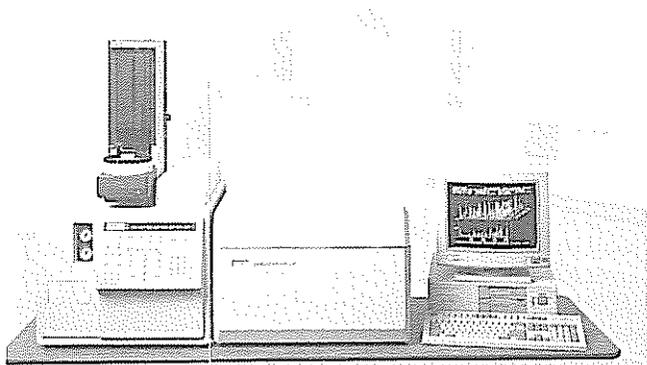
El P/ACE™ System 2000 es el suceso más excitante y revolucionario de la electroforesis apareciendo hasta la fecha. Introducido por Beckman en el 11th International Symposium on Capillary Electrophoresis celebrado en Boston y dos meses más tarde en el 13th Symposium on Column Liquid Chromatography (Stockholm), ha significado para la comunidad científica de todo el mundo la disponibilidad de una técnica innovadora que ofrece unas expectativas insospechadas para obtener nueva información y resolver antiguos problemas de la investigación bioquímica.

Tel. (91) 358 00 61. 28084 Madrid.  
Virgen de la Estrella, 13.  
Tel (954) 45 58 19 41011 Sevilla.  
Sabino de Arana, 46-48.  
Tel. (93) 339 97 16 08028 Barcelona.



## NUEVO SISTEMA GC/MS VARIAN SATURN II

En la recientemente celebrada Conferencia de Pittsburgh (Chicago, 4-8 de marzo), Varian ha presentado oficialmente su nuevo sistema de cromatografía de gases/espectrometría de masas Saturn II



Con el Saturn II se inicia la segunda generación de sistemas GC/MS basados en detectores de masas, tipo "ion trap" (trampa de iones), representando actualmente la tecnología más avanzada en este campo.

Comercialmente disponibles desde hace unos pocos años, los detectores "ion trap" se encuentran hoy día funcionando satisfactoriamente en numerosos laboratorios de todo el mundo, debido, fundamentalmente, a su altísima sensibilidad, facilidad de operación y sencillez de mantenimiento, respecto a los detectores de masas convencionales.

Mientras que los detectores de masas convencionales permiten unos límites de detección a niveles de nanogramos (10-9 g), el Saturn II alcanza unos límites de detección de psicogramos (12-12 g) sobre el espectro total, lo que unido a una altísima velocidad de barrido, permite la identificación positiva de ultratrazas en columna capilar.

Esto es debido a que, en el Saturn II, la formación, almacenamiento y análisis de masas de los iones se produce en la misma cavidad, aumentando considerablemente la eficacia del número de iones que llegan al detector.

Por ello, el Saturn II, presenta unas especificaciones únicas para la resolución de todos aquellos problemas analíticos que implican la determinación de trazas, sobre todo, cuando el método analítico exige además un tratamiento previo de la muestra mediante extracción líquido/líquido o extracción en fase sólida.

Particularmente, el Saturn II satisface en exceso los requerimientos analíticos más comprometidos

(métodos 500, 600, 8000, etc.) regulados por la Agencia de Protección del Medioambiente (EPA) de Estados Unidos

El Saturn II incluye la posibilidad de instalación de una fuente de ionización química (CI), permitiendo la conmutación automática, mediante software, con la fuente estándar de impacto electrónico (EI), sin necesidad de modificación alguna del hardware

De esta forma, puede programarse la realización de una secuencia de espectros de una muestra mediante CI o CE indistintamente, obteniéndose la confirmación de la masa molecular de los compuestos de interés

Finalmente, el sistema GC/MS Saturn II se completa con el cromatógrafo de gases Varian 3400 y la estación de datos Saturn con varias librerías de espectros disponibles.

Para cualquier información adicional, por favor, dirigirse a:

CHEMICONTROL, S.L.

Oficina Madrid: Avda. Pedro Díez, 25, 28019 Madrid Tel. (91) 472 76 12. Fax (91) 472 50 01.

Oficina Barcelona: Caspe, 118 08013 Barcelona Tel (93) 265 70 02. Fax (93) 265 85 62

Delegación Norte: Oviedo. Tel. (98) 525 12 91 Fax (98) 525 77 61.

Delegación Levante: Valencia. Tel. (96) 372 78 33. Fax (96) 371 31 62.

## CHROMPACK



Avda. de América, 58

28028 Madrid

Tel. (91) 256 57 34

Chrompack líder mundial en columnas capilares, continua en su nueva trayectoria de fabricante de equipos, con el lanzamiento de nuevos cromatógrafos de gases y analizadores, entre los que destacan el *VOC Air Analyzer*, completo sistema para el análisis de forma continua, de compuestos orgánicos volátiles presentes en el aire, siendo sus aplicaciones en control de la polución del aire y en higiene industrial.

Por otra parte, el *VOC Water Analyzer*, permite el control de bajas concentraciones de compuestos orgánicos volátiles en agua de ríos y agua de bebida, realizando todo el trabajo de forma completamente automática.

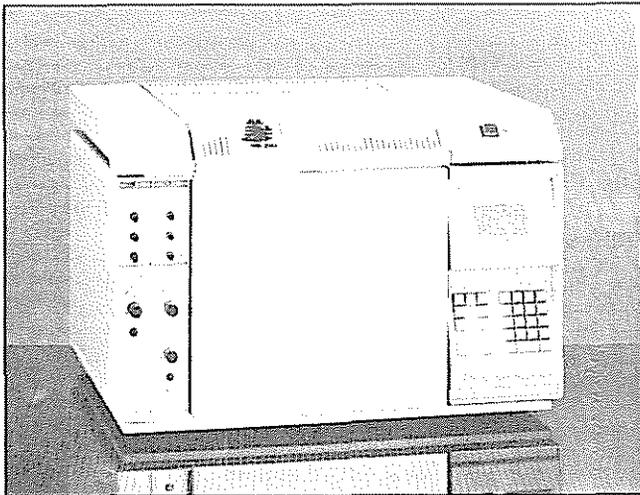
## NUEVO CROMATOGRFO CP 9000

Este cromatógrafo de Chrompack tiene un gran rendimiento y es muy fácil de usar. Es el moderno más actual de la serie, que sustituye a los modelos 4270. Es muy fácil de programar, con un programa de 10 páginas que permite el método de trabajo en una secuencia lógica sin omisión de ningún parámetro, pudiendo almacenarse hasta doce métodos de trabajo.

El horno es de gran amplitud y de muy fácil acceso a las dos columnas que pueden ir en su interior y que pueden ser empacadas, semicapilares o capilares. La puerta del horno se abre 180 grados. Su poderoso horno es completamente silencioso y requiere muy

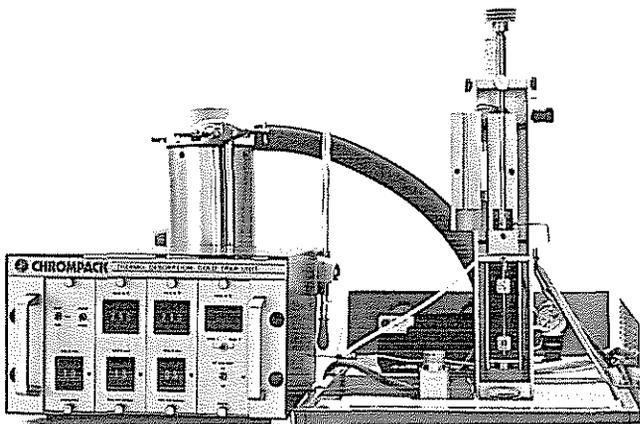
corto espacio de tiempo para calentarse o enfriarse debido a su configuración. Cada portal de inyección y cada detector de los cuatro de que dispone, tiene su propio panel de control de flujo evitando así ninguna confusión de las líneas de gas. Los diafragmas de acero inoxidable y los reguladores de presión, previenen cualquier escape de gas y difusión de oxígeno, además de un sistema de seguridad de escape de hidrógeno. El software incluye un F.U.P. para medición de caudales de gas, calculando automáticamente los parámetros de flujo. Los inyectores usan: splitter, splitless, packed y on-column como sistemas de inyección, pudiendo también acoplarse la inyección TAT (adsorción térmica) y la PTI (purge and trap).

La pantalla de cristal líquido tiene una visión cómoda y las teclas de control se manejan con gran facilidad editando y almacenando hasta 12 análisis distintos.



Este nuevo GC 9000 es pues un versátil instrumento de alta calidad, de avanzadas características, que le permiten competir dignamente en el mercado.

#### INJECTOR PURGE AND TRAP (P.T.I.)



Este inyector de espacio en cabeza dinámico no es nuevo en Chrompack, sino que lleva varios años siendo la estrella en ventas en todo el mundo, existiendo casi 500 operando en la actualidad con toda satisfacción. No se puede mejorar y por esto, sigue vendiéndose con las mismas características que en su comienzo. Se trata de un sistema, acoplable en cualquier cromatógrafo de gases, que permite analizar trazas de compuestos volátiles en aire y muestras

líquidas o sólidas sin necesidad de pretratamiento de las mismas. El sistema comprende dos trampas frías: en la primera condensa el agua que entra con el gas de purga y en la segunda condensan los compuestos a analizar. Después son calentados rápidamente e inyectados en una columna semi o capilar. Permite analizar trazas hasta partes por trillón de volátiles y no tiene contratipo equivalente en el mercado. Además no tiene ninguna parte metálica en contacto con las muestras, por lo que la inercia queda totalmente garantizada.

#### NUEVAS COLUMNAS DE PERMEABILIZACION DE GEL (P.G.C.)

Chrompack se ha especializado también en este campo y ha lanzado sus nuevas columnas *Microgel-Mix*, que combinan en una misma columna, diferentes rellenos a fin de conseguir un amplio rango de separación de pesos moleculares. Las columnas Microgel tienen una eficacia de hasta 80.000 platos/metro y permiten separaciones de PM desde 100 hasta 10<sup>7</sup>.

Las columnas Microgel-HPSEC (High Performance Steric Exclusion Chromatography) son empleadas por varias petroquímicas europeas, especialmente en Italia, para el análisis de polímeros, plastificantes, etc.

Chrompack además ha diseñado un software dedicado a PEG capaz de satisfacer cualquier necesidad tanto en trabajo de rutina como experimental. Bajo el nombre de Sedan, ofrece un menú de fácil uso capaz de dirigir la operación de dos canales y que permite el uso de cualquier detector de HPLC. El hardware consiste en un ordenador IBM PS/2 con una impresora Epson LX400 así como interface, amplificador, manual de instrucciones, etc., que es instalado y probado por los ingenieros de Chrompack incluyendo un *training* de dos días.



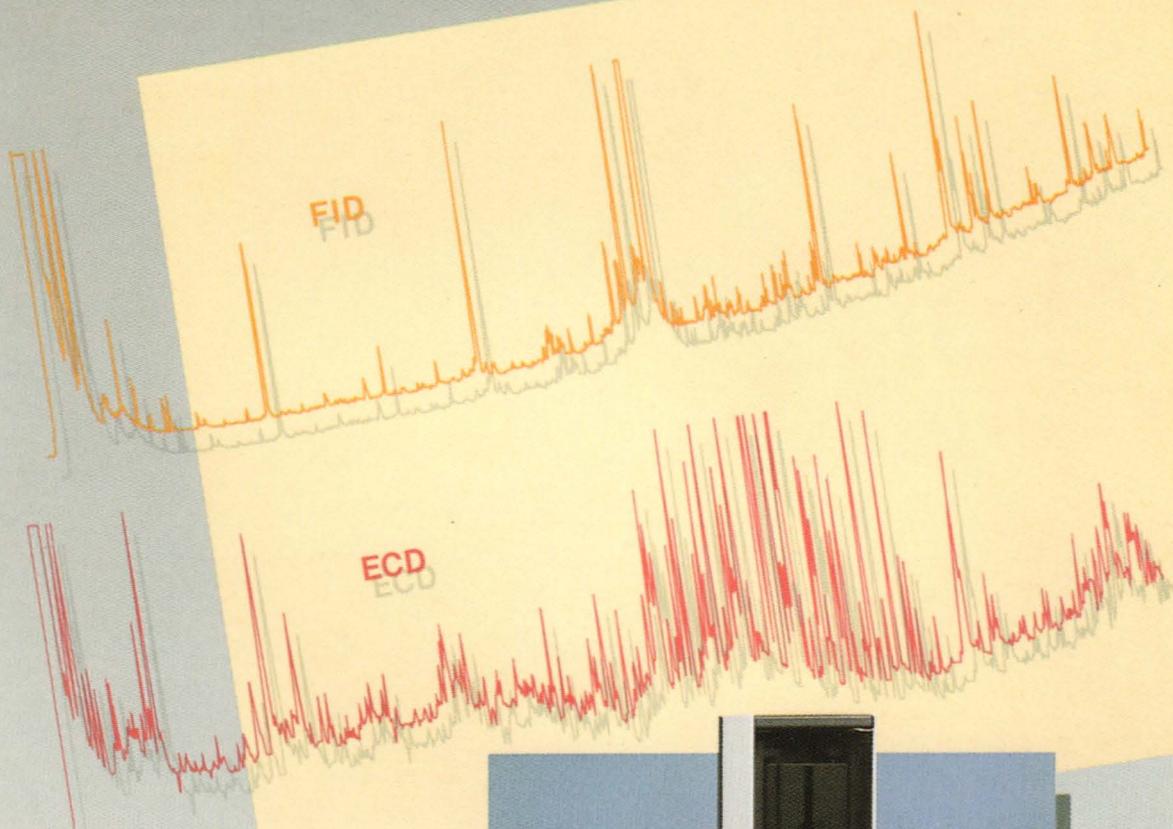
#### NICOLET PRESENTA LA NUEVA ESTACION ESPECTROSCOPIA 680D

La estación 680 D de procesamiento digital de señal (DSP), es la culminación de muchos años de desarrollo en ordenadores y programas. La estación 680D es un ordenador multiprocesador que aumenta la potencia de la serie 600 de ordenadores Nicolet para usuarios que necesiten adquisición de datos a alta velocidad, procesamiento sofisticado de señal y potente capacidad de cálculo.

La clave está en utilizar procesadores optimizados, dedicándolos a tareas individuales. El procesador de la serie 600 RISC (Reduced Instructions Set Computer) dirige los procesos relacionados en la presentación en pantalla y la interface: bancada óptica y otros ordenadores o periféricos, mientras que el microprocesador DSP se encarga de los cálculos matemáticos con una velocidad de 25 MIPS (millones de instrucciones por segundo).

El almacenamiento de los datos en tiempo real a velocidades superiores a 10 Mbits/segundo se realiza

# CHEMICONTROL



**varian** 

**CALIDAD  
Y EXPERIENCIA  
EN CROMATOGRAFIA**

- GC
- HPLC
- GC/MS



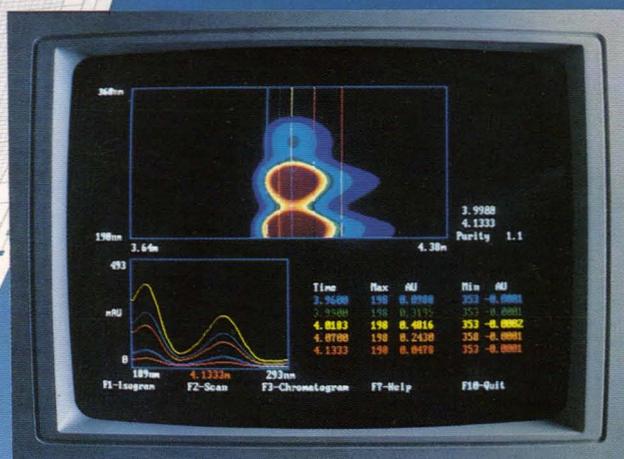
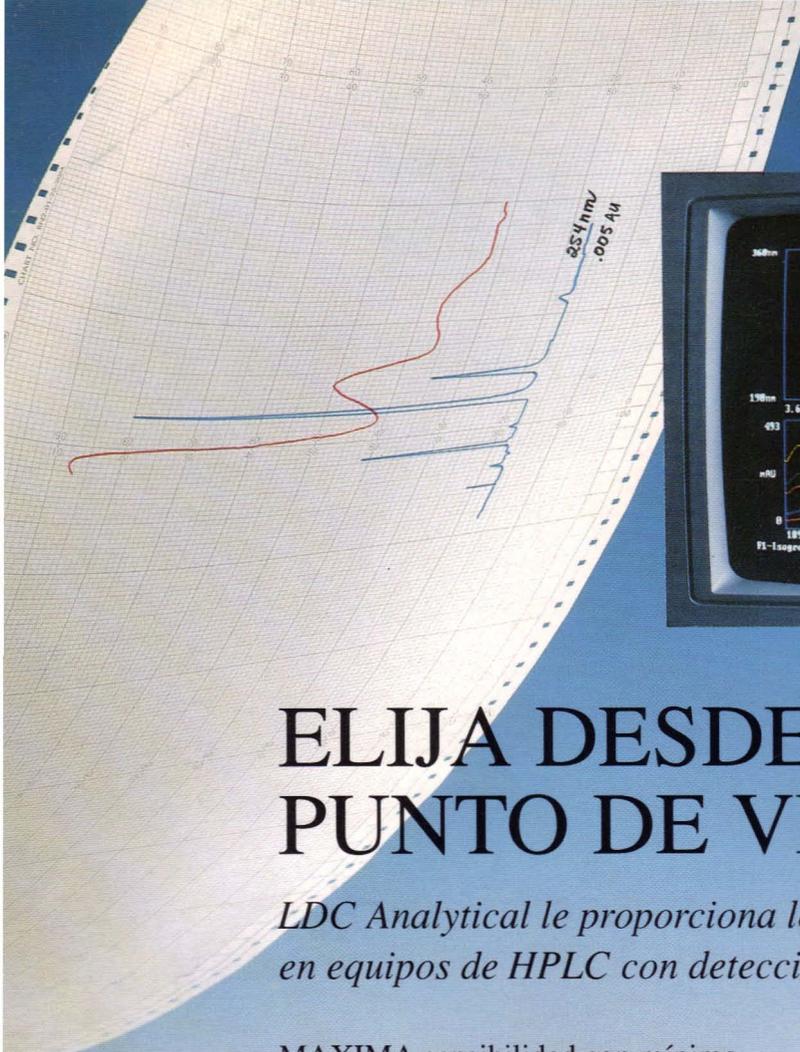
CHEMICONTROL, S. L.

**OFICINA CENTRAL:** Avda. Pedro Díez, 25 - 28019 MADRID Tel.: (91) 472 76 12 Fax: (91) 472 50 01

**DELEGACION CATALUÑA:** BARCELONA Tel.: (93) 253 87 34 Fax: (93) 451 04 63

**DELEGACION NORTE:** OVIEDO Tel.: (985) 25 12 91 Fax: (985) 25 77 61

**DELEGACION LEVANTE:** VALENCIA Tel.: (96) 372 78 33 Fax: (96) 371 31 69



## ELIJA DESDE SU PUNTO DE VISTA...

*LDC Analytical le proporciona lo MAXIMO y lo MINIMO en equipos de HPLC con detección por fotodiode array.*

MAXIMA sensibilidad con mínimo ruido.

MAXIMA linealidad de respuesta con mínimo efecto RI.

MAXIMA estabilidad de flujo con mínimas pulsaciones de línea de base.

MAXIMA rentabilidad con mínimo mantenimiento.

MAXIMA información con mínima complejidad usando el Software Thermo Chrom PDA.

y con la MAXIMA garantía de calidad.



LDC Analytical

**MICRON ANALITICA, S.A.**  
**"The HPLC People"**

ANTONIA RUIZ SORO, 2 - 28028 MADRID - Tel. 361 24 40 - Fax 356 70 58

mediante el protocolo DMA-SCSI (Direct Memory Access), permitiendo almacenar directamente en disco la recogida de datos a alta velocidad sin que este almacenamiento se vea limitado por la capacidad de la memoria RAM.

La estación 680D incluye de modo estándar una disquetera de 3,5" y 4 Mbytes de capacidad, un disco duro DMA-SCSI de 177 Mbytes de memoria RAM. Un soporte especial permite colocarlo vertical u horizontalmente y se puede escoger entre dos monitores de color 14" ó 19". Mediante la adición de un disco interno de 502 Mbytes se pueden conseguir hasta 679 Mbytes de almacenamiento interno de alta velocidad

## NUEVO SISTEMA DE MICROESPECTROSCOPIA INFRARROJA DE INVESTIGACION NIC-PLAN™

El nuevo Nic-Plan™ combina una avanzada visión microscópica con la espectroscopía infrarroja y el análisis químico cuando se conecta a un espectrómetro FT-IR Nicolet de altas prestaciones. El Nic-Plan incorpora el sistema de proyección de Apertura View-Thru™ que permite observar la totalidad de la muestra mientras se posicionaban las aperturas de delimitación de la parte de la muestra donde se va a hacer el espectro infrarrojo. El Ordenador FT-IR Nicolet permite controlar el haz infrarrojo en el microscopio, selecciona el modo de observación de la muestra: visible o infrarrojo, el modo de realizar el espectro: reflexión o transmisión y la posición de la muestra dentro del campo de observación. El Nic-Plan dispone de diseño óptico axial, Redundant Apertasing™ y óptica de compensación de muestras Reflectomat™ tipo Cassegrain para la obtención de espectros de alta precisión.

Además existe un juego de programas opcional que permite al usuario utilizar una rutina topográfica mediante la cual, automáticamente, se recogen los espectros, se procesan y se obtiene el topograma de la muestra en la banda infrarroja de interés.

## NICOLET: ESPECTROSCOPIA FT-RAMAN

Nicolet ha desarrollado un accesorio completamente optimizado para espectroscopía Raman por transformada de Fourier. Este accesorio está diseñado para conectarse con el espectrómetro Nicolet 800. La espectroscopía Raman por transformada de Fourier es, ahora, una técnica viable que ofrece importantes ventajas sobre la técnica dispersiva tradicional, incluyendo la eliminación de las interferencias ocasionadas por la fluorescencia. Como la espectroscopía Raman y la infrarroja son técnicas complementarias, la capacidad de adquirir ambos tipos de información en su único instrumento constituye un desarrollo muy importante. El sistema de Nicolet FT-Raman proporciona al investigador una herramienta de formidable potencia para resolver problemas espectroscópicos.

El accesorio optimizado Nicolet-Raman es totalmente independiente incluyendo un láser Md: YAS para la excitación en el infrarrojo próximo (1,064  $\mu$ m), compartimento de muestras con posicionador de muestras, filtros ópticos y software de manejo.

Este accesorio también incorpora dentro de su gran compartimento de muestras varios soportes

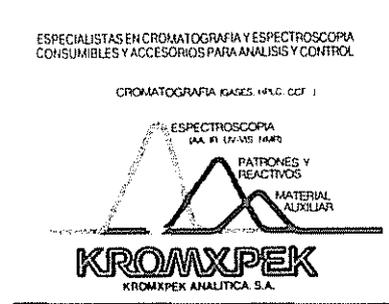
intercambiables y prealineados para muestras. La geometría estaludar de excitación es por retrodispersación axial de 180 grados.

## NICOLET PERFECCIONA EL ESPECTROMETRO FT-IR 510

Nicolet Instrument Corporation ha incrementado las prestaciones del espectrómetro FT-IR 510 con un interferómetro de nuevo diseño sin fricción y por pivote flexible lo que permite obtener mayor sensibilidad. La resolución se ha incrementado desde 1,5  $\text{cm}^{-1}$  a 0,8  $\text{cm}^{-1}$ . Todo esto permite mejorar la anchura de banda así como incrementar la detectabilidad a bajas concentraciones, especialmente cuando se trabaja en componentes en fase vapor. El modelo 510 también proporciona la máxima flexibilidad para las necesidades futuras de investigación.

El espectrómetro Nicolet 510 está diseñado para trabajar con ordenadores IBM® tipo PC y PC compatibles, Apple® Macintosh® y el ordenador de altas prestaciones Nicolet 620 RISC (Reduced Instruction Set Computer). Nicolet ofrece paquetes de programas para cualquiera de estos tipos de ordenador.

Para mayor información solicítela a los teléfonos (91) 661 50 86 y (93) 424 01 00, o a cualquiera de nuestras delegaciones.



Estamos de enhorabuena. El próximo mes de setiembre inauguramos nuestra casa en Madrid. Desde estas líneas aprovechamos para invitarles y hacerles partícipes de esta efémerides que se les notificará oportunamente.

Les presentamos algunas novedades que por su contenido juzgamos de su interés. Pueden solicitar-nos catálogos específicos.

### a) MATERIAL CONSUMIBLE

#### Spherisorb

Nuevos cartuchos de altas prestaciones para HPLC que distribuimos en exclusiva para España.

Garantizamos:

140.000 platos/m. en relleno de 3 $\mu$ m

100.000 platos/m. en relleno de 5 $\mu$ m.

Sin volumen muerto.

Fácil utilización sin necesidad de herramientas

Disponibles en C1, C6, C8, CN, NH2, ODS1, ODS2, P, Sax y Silica.

Precio unificado para cualquier longitud y tamaño de partícula:

Starter Kit 28.320 Ptas. (\*)

Cartucho recambio 20.960 Ptas. (\*)

Kit 3 cartuchos recambio 55.440 Ptas. (\*)

(\*) Oferta hasta el 31/07/91.

adquisición y la secuencia de la información. Esto es especialmente importante en situaciones en que todos los métodos deben ser ampliamente documentados. El método de adquisición comprende los parámetros del equipo (flujo de la bomba, perfil del gradiente...) así como los parámetros de adquisición de datos (número de datos de la muestra). Todas las revisiones del método se almacenan automáticamente en la base de datos, con una conexión automática con cualquier dato primario recogido con aquel método particular y así simplificar el seguimiento de la muestra.

Una vez almacenados los datos cromatográficos, se pueden reprocesar utilizando la secuencia existente, en combinación con nuevos métodos que contengan parámetros analíticos experimentales. La evaluación estadística completa de los resultados analíticos está incorporada en el paquete Spectra Station. La capacidad multitarea permite, fácilmente, el análisis de nuevas muestras mientras el químico optimiza el método analítico. La avanzada capacidad estadística incorporada a la estación de trabajo ayuda al procesador de métodos a determinar cuál de los métodos de ensayo ofrece la mejor reproducibilidad de integración.

### Secuencias de calibración

Una vez se determina el método de ensayo, se establece una rutina de calibración/ensayo utilizando el lenguaje de control de secuencia Chromscript (Spectra Physics). El módulo Chromscript ofrece una flexibilidad virtualmente ilimitada en el diseño de esquemas de calibración. El usuario introduce el orden en que se inyectarán los blancos, patrones, controles y problemas. La estación de trabajo utiliza la tecnología más avanzada de reconocimiento de muestra, para traducir las entradas del usuario a un esquema de calibración personalizado que, automáticamente, se adaptará al número de muestras a analizar. Gracias a la facilidad para establecer rutinas de calibración, los cromatografistas podrán utilizar técnicas de calibración sofisticadas para producir resultados más exactos.

### Formatos de informe

Una vez establecida la rutina de calibración deseada, se completa el método analítico con la selección de un formato de informe. Los sistemas de datos cromatográficos se han basado, a menudo, en un informe normalizado con un formato fijo, o ha requerido un tercer grupo de software para obtener informes personalizados.

Aunque su uso ofrece a menudo flexibilidad, generalmente impide la preparación automática de informes personalizados e implica también que el usuario aprenda un paquete adicional.

Spectra Station aprovecha el interface de gráficos de usuario para permitirle seleccionar fácilmente un formato de informe. El procesador de métodos tiene un control completo de la información incluida, así como de su localización en el informe. Como el formato personalizado está automáticamente relacionado con el método analítico, la presentación personalizada de los resultados es muy sencilla. Los resultados se pueden imprimir en el integrador, la impresora láser o matricial del propio ordenador o de otro conectado, o en la impresora de una red de área local

(LAN). Por otra parte, el programa gestor de bases de datos se puede utilizar para exportar la tabla de resultados a un paquete de software externo como Lotus 1-2-3/G (Lotus Development Corp., Cambridge, Massachusetts) (Presentation Manager) o Microsoft Excel para OS/2 (Microsoft Corp., Bellevue, Washington).

Cuando ha finalizado el desarrollo del método analítico, está listo para ser almacenado para su uso posterior en el análisis de muestras. Como la estación de trabajo es totalmente conectable, el método se puede almacenar en el servidor LAN para su uso en ésta u otra Spectra Station. Así, el analista se libera de los complejos detalles del proceso de desarrollo de métodos.

### Password (contraseña) de seguridad

El *password* de seguridad del sistema incorporado a la estación de trabajo determina que módulos de software están a disposición del usuario. Mientras que el procesador de métodos tiene acceso al paquete completo de software, el analista de muestras rutinarias sólo necesita ver la plantilla establecida durante el proceso de desarrollo de métodos. Algunos sistemas anteriores de datos cromatográficos que requerían del usuario el avance secuencial a través de un conjunto de pantallas predeterminadas, tendían a limitar el proceso de desarrollo de métodos. Los métodos cromatográficos se mantenían intencionadamente sencillos para no dificultar el trabajo de rutina del analista y darle prioridad al análisis de la muestra. Este procedimiento requería, a menudo, el reprocesado de los datos iniciales con un método analítico más completo. La Spectra Station permite un extenso método analítico que se utiliza en el análisis inicial de muestras. El analista sólo necesita rellenar los espacios en blanco en la tabla de secuencia de la muestra, con la información específica de la misma, antes de su análisis.

La utilización del sistema operativo OS/2 como base para un sistema de datos cromatográficos, hace el proceso de desarrollo de métodos rápido e intuitivo, capaz de convertirse de forma inmediata en un análisis de rutina.

Para mayor información, así como para solicitar una demostración, estamos a su disposición en:

Marqués de Pico Velasco, 64 - 28027 Madrid - Tels. 268 08 79-268 36 43 - Fax 407 36 24.

Gomis, 52-54 - 08023 Barcelona - Tel. 211 10 32 - Fax 418 55 63.

# MERCK

### LICHOGRAPH: UN PROGRAMA COMPLETO PARA INYECCION AUTOMATICA

El AS-4000 es un nuevo inyector automático para HPLC que ofrece al análisis unas prestaciones superiores a las de un inyector convencional. La automatización de etapas tediosas en la preparación de muestras tales como: realización de diluciones seriadas, adición de reactivos y patrones, homogeneización de componentes, extracciones y elaboración de métodos complejos de derivatización son algunos ejemplos de su enorme campo de aplicación.

## PROCESADORES DE DATOS PARA CROMATOGRAFIA

# SHIMADZU

Ahora le ofrecemos una amplia gama:



### C-R6A

**Procesador de datos fiable y económico.**

Almacenamiento de cromatogramas y reprocesamiento.

Programación en BASIC.

Interface standard para cassette.

Interface externa para cromatógrafo o computador externo.



### C-R5A

**Procesador de Datos con capacidad para 2 canales.**

Almacenamiento de cromatogramas y reprocesamiento.

Tarjeta IC (RAM) para archivo de datos, programas o parámetros. Puede procesar con precisión picos tan pequeños como 0,04 seg. (anchura a media altura).



### C-R4A

**Procesador de Datos de altas prestaciones.**

Con pantalla, discos floppy y capacidad de doble canal simultáneo en tiempo real.

Programación vía menú a través de la pantalla.

Gran potencia cuantitativa.

**COMPATIBLES CON CUALQUIER CROMATOGRAFO DE GASES O DE LIQUIDOS**



**IZASA, S.A.**

C/. Aragoneses, 13  
Pol. Ind. Alcobendas  
28100 MADRID

C/. Calabria, 174  
08015 BARCELONA

**DELEGACION CATALUÑA: 425 01 00. BILBAO: 476 13 50. GIJON: 35 67 46.**

**GRANADA: 28 07 50. LAS PALMAS: 28 21 48. MADRID: 653 71 99.**

**MALAGA: 39 28 87. MURCIA: 29 87 11. PALMA DE MALLORCA: 28 91 71.**

**SANTANDER: 25 30 16. SANTIAGO DE COMPOSTELA: 58 28 00.**

**SALAMANCA: 24 09 70. SEVILLA: 436 41 66. TENERIFE: 61 60 51.**

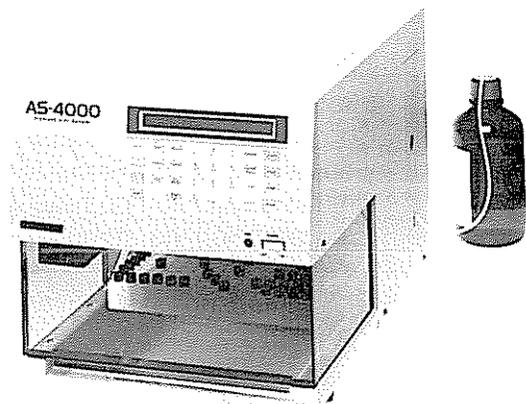
**VALENCIA: 347 66 25. VALLADOLID: 23 59 27. ZARAGOZA: 56 04 46.**

Resulta de especial interés la presencia de la función "Learn", única en su género en equipos de HPLC, que le permite al cromatografista un control *manual* muy sencillo de los movimientos del instrumento, en tareas como el pipeteado de líquidos, con memorización automática de las coordenadas establecidas experimentalmente.

Hasta un máximo de 30 métodos de trabajo preparados de este modo pueden seleccionarse libremente, estando en todo momento protegidos contra cualquier fallo de alimentación eléctrica. Un margen de inyección entre 1 µL-5mL permite su empleo en aplicaciones que van desde la HPLC analítica hasta la semipreparativa, lo cual hace del AS-4000 un instrumento de gran flexibilidad.

Hasta 198 viales pueden programarse, siendo posible la utilización simultánea de gradillas con viales de capacidades diferentes, lo cual hace posible su empleo en la elaboración de métodos de derivatización, tales como el análisis de aminoácidos con los procedimientos del OPA y FMOC.

En definitiva, un instrumento compacto, flexible, de gran capacidad de trabajo, que a estas características añade un control extraordinariamente simple y sencillo que permite su utilización como unidad individual o en conexión con un ordenador personal.



El AS-2000, es el inyector automático ideal para todo laboratorio de control de calidad. En su diseño se combinan a la perfección características esenciales para el cromatografista: Una configuración muy compacta y una mecánica de gran fiabilidad que permiten su operación ininterrumpida en un espacio no superior al ocupado por cualquier bomba.

Un control de la inyección tan simple y lógico que permiten su utilización inmediata sin entrenamiento previo. Una gradilla con capacidad de hasta 150 muestras que asegura una gran capacidad de trabajo. Un margen de inyección entre 1-400 µL para su empleo en la mayor parte de aplicaciones. Un nuevo método de inyección *por corte* para asegurar una reproducibilidad máxima, así como la posibilidad de procesar tantas muestras de emergencia como se desee, lo hacen la elección ideal para laboratorios de rutina con gran volumen de trabajo.

Si desea obtener una información más completa de estos productos o una demostración de los mismos, contacte con cualquiera de nuestras delegaciones o llame al teléfono 93-570 57 50, ext. 355, de la División de Reactivos de Igoda, S.A., Apdo. 47, 08100 Mollet del Vallés.

## MICRON ANALITICA, S. A.

### LIDERES NACIONALES EN COLUMNAS PARA HPLC

Micron Analítica, es la única empresa española capaz de suministrar *todas las marcas* de columnas para HPLC.

A nuestras representaciones de hace varios años, Phenomenex y Jones Chromatography, hemos añadido recientemente la firma Tosohaas, primera compañía mundial en columnas por filtración de gel (GFC), columnas por permeación de gel (GPC), columnas por intercambio iónico (IEC), columnas para cromatografía hidrófoba (HIC) y cromatografía por hidroxilapato (HAC). Sus productos más característicos son las columnas TSKgel, que permiten separar un amplísimo rango de compuestos por filtración en gel, siendo especialmente indicadas para separación de proteínas.

Si para usted es importante la fiabilidad de sus columnas y la rapidez de respuesta del suministrador, somos su mejor solución.

Relación de rellenos disponibles: Apex, Bondex, Bondclone, µBondapak, Hamilton, Hypersil, IB-Sil, Interaction, Lichrosorb, Maxil, Novapak, Nucleogen, Nucleosil, Mitsui Toatsu, Optisil, Partisil, Perkex, Phenogel, Prepex, Resolve, Resolvosil, Rezex, Selectosil, Shodex, Spherex, Spherisorb, Synchronapak, Techopak, Techsil, Techsphere, TSK, Ultracarb, Ultratechsphere, Ultremex, Vydac, W-Porex, Zorbax.

Micron Analítica, S.A.

Antonia Ruiz Soro, 2 - 28028 Madrid - Tel. 361 24 40.

## Waters

Division of MILLIPORE

### NUEVO DETECTOR UV/VIS DE LONGITUD DE ONDA VARIABLE WATERS 486



Waters, la División de Cromatografía de Millipore, presenta el nuevo detector UV/VIS de longitud de onda variable Waters 486 que proporciona la máxima sensibilidad entre los detectores UV/VIS para HPLC. Apropiado para una gran variedad de aplicaciones, el

detector Waters 486 le permite obtener hasta un 20% más de sensibilidad que otros detectores UV/VIS comparables

El detector Waters 486 le permite seleccionar la longitud de onda de trabajo entre 190 y 600 nm, pudiendo así optimizar la detección para cada análisis. El Waters 486 es apropiado para desarrollo de métodos, investigación y control de calidad

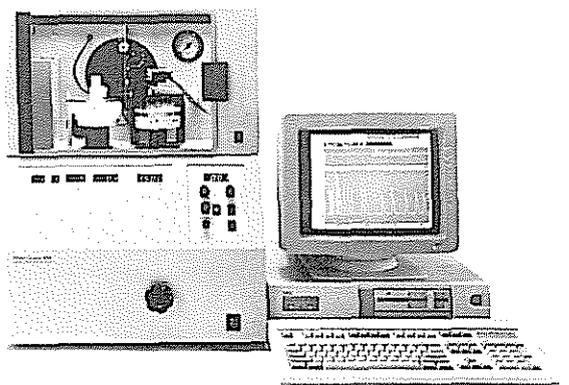
Ofrece además calibración automática, lo que elimina la necesidad de alinear manualmente los componentes ópticos, asegurando así la máxima exactitud en la longitud de onda cada vez que el instrumento se pone en marcha

Las cubetas modulares están disponibles tanto en configuración metálica como no-metálica, fácilmente intercambiables para aplicaciones en microbore, analítica o preparativa.

El control por microprocesador y la pantalla de cristal líquido proporcionan una fácil puesta a punto y confirmación de longitud de onda, absorbancias, energía de muestra y referencia, constante de tiempo, polaridad, autocero y calibración de la longitud de onda. Además está dotado de una rutina que permite programar el apagado de la lámpara, prolongando así su duración.

El detector Waters 486 puede instalarse como una unidad modular o formando parte de un sistema Waters Powerline. Cuando se configura como Powerline, el Waters 486 proporciona documentación completa, control desde un único teclado y posibilidades adicionales de programación de todos los parámetros, incluyendo longitud de onda, cambios de atenuación, señal de inyección, sensibilidad, polaridad y autocero. En esta configuración es posible controlar el detector y todos los otros parámetros del sistema desde un único teclado y documentar los cambios de longitud de onda y atenuación en su integrador o sistema de adquisición de datos.

## EL SISTEMA DE ELECTROFORESIS CAPILAR WATERS QUANTA 4000 AMPLIA SUS PRESTACIONES



Waters, la División de Cromatografía de Millipore, ha introducido una serie de nuevas prestaciones en el Sistema de Electroforesis Capilar Waters Quanta 4000.

Esta serie de nuevas prestaciones aumenta significativamente la reproducibilidad, selectividad, resolución y rapidez de los análisis por electroforesis capilar e incluye:

- Detección en el *ultra* UV a 185 nm con alta sensibilidad. Esta baja longitud de onda permite la detección de compuestos minoritarios e impurezas y es particularmente importante cuando se analizan péptidos en concentraciones de 200 ng/ml.

- Reactivo Waters AccuPure Z1-Metilo, se añade al electrolito para eliminar la adsorción de proteínas en la pared del capilar mejorando sustancialmente la reproducibilidad y la cuantificación del análisis

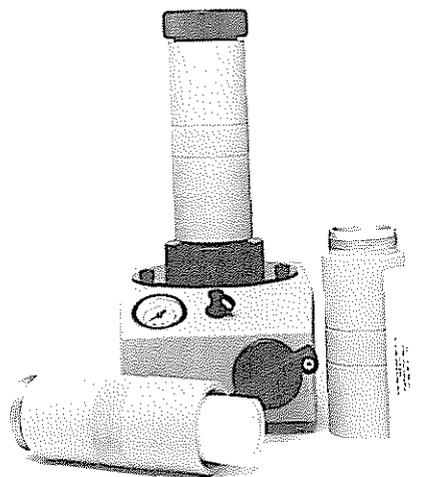
- Capilares Waters AccuSep C/PRP para preconcentración, que concentran la muestra en el mismo sistema y permiten análisis de trazas que no pueden efectuarse por inyección directa. Con ellos la concentración de muestras se hace de manera automatizada, fácil y eficaz.

- Kit de reactivos NICE-Pak para análisis de iones y ácidos orgánicos por electroforesis capilar. Con él se pueden conseguir separaciones de 30 aniones en menos de 90 segundos con eficacias superiores a los 600.000 platos teóricos.

- Software Waters Máxima CE diseñado específicamente para electroforesis capilar que facilita el análisis y su documentación. El Máxima CE utiliza algoritmos especiales para el análisis de datos con rutinas para corregir las áreas en función del tiempo de migración y utiliza la nomenclatura de electroforesis capilar para la documentación completa del análisis.

- Carrusel de muestras de mayor capacidad. Hasta 20 muestras y cuatro electrolitos con programación de lavado y purga automáticos.

## CARTUCHOS WATERS PrepPak PARA CROMATOGRAFIA PREPARATIVA

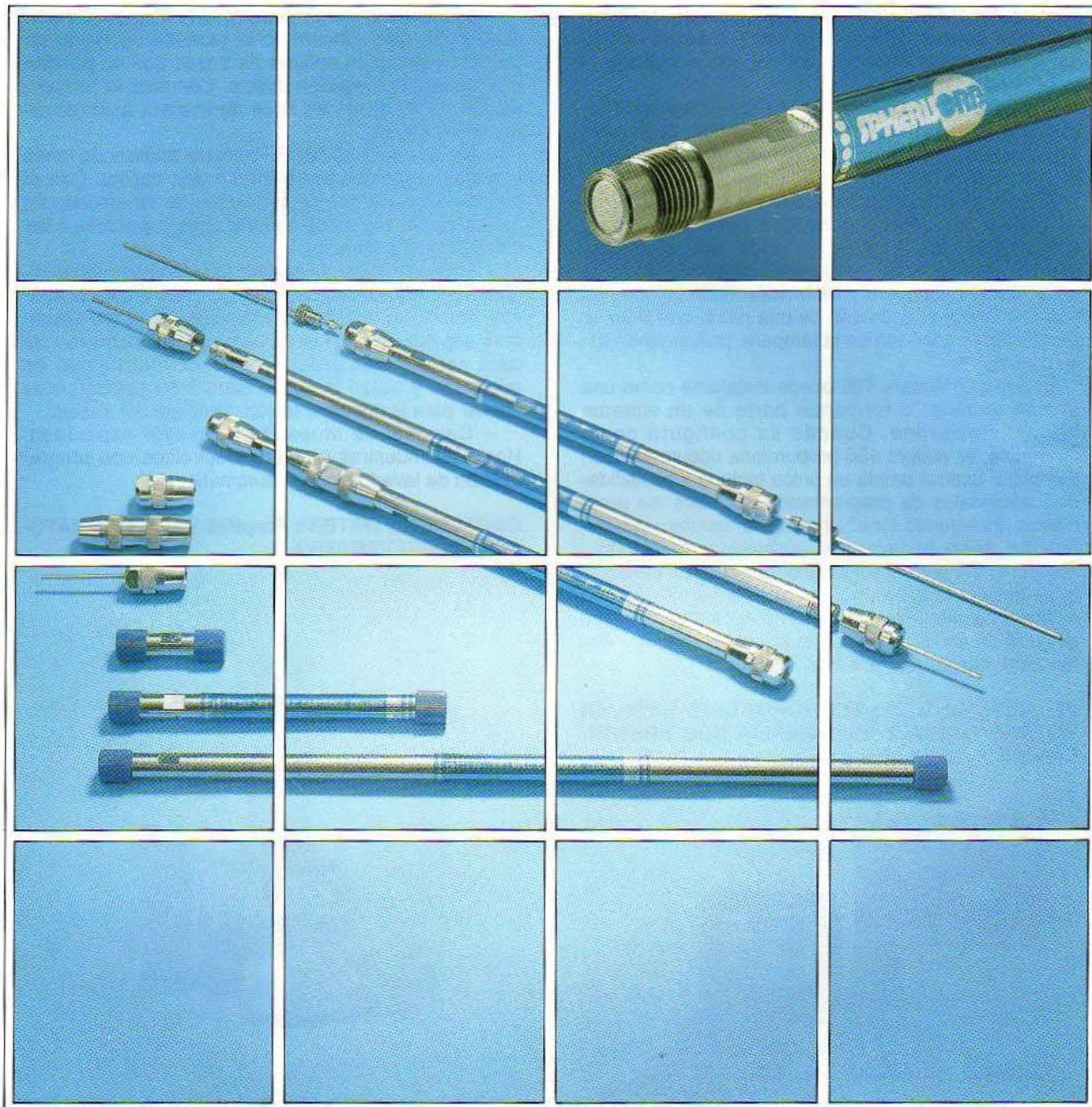


Con la presentación de los nuevos cartuchos PrepPak 40 mm x 100 mm, Waters, La División de Cromatografía de Millipore, amplía su gama de cartuchos para purificaciones semipreparativas y preparativas.

Estos nuevos cartuchos vienen a añadirse a los ya existentes: 8 mm. x 100 mm., 25 mm x 100 mm y 47 mm x 300 mm, y están disponibles en una serie de rellenos Waters como Nova-Pak, Delta-Pak y  $\mu$ Bondapak con tamaños de partícula de 6  $\mu$ m, 10

# Spherisorb® Cartridge

## Un Nuevo Concepto



# KROMXPEK

ESPECIALISTAS EN CROMATOGRAFIA Y ESPECTROSCOPIA - CONSUMIBLES Y ACCESORIOS PARA ANALISIS Y CONTROL

KROMXPEK ANALITICA, S.A.  
Ctra. Cerdanyola, 65-67  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES  
Telf.: (93) 589 15 55  
Fax: (93) 675 05 16  
Apartado Correos 282

NUEVA OFICINA EN MADRID

**PROXIMA APERTURA**

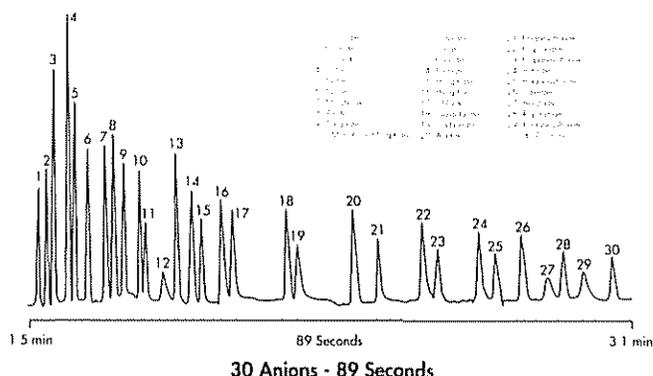
µm, 15-20 µm y 40 µm, lo que los hace especialmente indicados para purificaciones en la escala de miligramos hasta gramos.

Los cartuchos PrepPak 40 x 10 se usan en el nuevo módulo PrepPak RCM pudiéndose conectar hasta tres en serie (300 mm de longitud), lo que permite optimizar en cada caso la longitud de la columna en función de las características de la separación.

Con la amplia gama de rellenos y cartuchos Radial-Pak y PrepPak de Waters se facilita enormemente el desarrollo de cualquier separación preparativa, pudiéndose poner a punto las condiciones de la separación a escala analítica y posteriormente efectuar la purificación preparativa empleando el mismo tipo de relleno cromatográfico.

## SEPARACION DE IONES INORGANICOS POR ELECTROFORESIS CAPILAR

### Capillary Ion Analysis (CIA™)



Waters, la División de Cromatografía de Millipore, presenta la aplicación de la electroforesis capilar al análisis de iones inorgánicos. Esta técnica permite separar 15 aniones en 54 segundos y más de 52 aniones en un único análisis.

La combinación de los reactivos Waters NICE-Pak con el Sistema de Electroforesis Capilar Waters Quanta 4000 proporciona al químico analítico una técnica complementaria a la cromatografía iónica. Con ella puede analizar cualitativa y cuantitativamente, de manera rápida y fiable aniones y ácidos orgánicos.

El Sistema de Electroforesis Capilar Waters Quanta 4000 está completamente automatizado y posee una rutina de autopurga que permite limpiar el capilar después de cada análisis. El Quanta 4000 es compatible con las estaciones de datos Waters y además está dotado de un detector UV/VIS de alta sensibilidad especialmente diseñado para el análisis de trazas. Cuando se usa con los reactivos NICE-Pak, el Quanta 4000 combina una alta eficacia en la separación con una gran resolución (160 000 platos teóricos para el sulfato).

Para mayor información contacte con la oficina Waters más próxima:

Millipore Ibérica, S.A.  
 Entenza, 24 - 08015 Barcelona - Tel. 93/325 96 16  
 Avda. Llano Castellano, 13, 3º - 28034 Madrid - Tel. 91/729 03 00.

# SUGELABOR, S.A.

Al servicio del análisis

## GC

Nueva columna Vinicol para el análisis conjunto del 2-propanol y alcoholes de cadena corta (C1-C5), en vinos y destilados.

La gran dificultad que presenta la resolución de muestras procedentes de destilados vínicos, es su composición intrínseca, en donde el etanol, que puede ser considerado como solvente, eluye en la mitad del cromatograma. En consecuencia los alcoholes (2-propanol) y esterés (butirato de etilo) con  $t_R$  próximos aparecen enmascarados o cabalgando en la cola del etanol. Con idea de resolver esta contingencia Sugelabor, S.A., ha desarrollado la nueva columna Vinicol.

Esta columna empacada le permitirá, la separación de todos los alcoholes y esterés de interés en un sólo análisis y en un tiempo razonable. También ha demostrado su utilidad para la separación de solventes.



Columna Vinicol 2 m x 2 mm ø.  $T_i = 55^\circ\text{C}$   $t_i = 6$  min., Ratio: 6  $^\circ\text{C}/\text{min.}$ ,  $T_f = 150^\circ\text{C}$ . Gas portador:  $\text{N}_2$  15 ml/min. Muestra: patrón sintético de: 2.08-Metanol (500 ppm), 9.04-Etanol (85%), 10.42-2 Propanol (20 ppm), 12.32-n-Propanol (50 ppm), 15.07-Acetato de Etilo (600 ppm), 16.19-2-Butanol (30 ppm), 17.29-Isobutanol (30 ppm), 19.18-n-Butanol (20 ppm), 23.41, 24.01-Isomilicos (50 ppm), 28.54-Butirato de Etilo (10 ppm).

## GC/HPLC

### Análisis de ácidos orgánicos

El análisis de ácidos orgánicos tiene gran interés en el estudio de alimentos, procesos fermentativos, etc.

Ahora le ofrecemos dos posibilidades de gran calidad analítica y precio asequible para resolver su análisis.

La columna semicapilar BP-21 (Fig. 1) separa por cromatografía gaseosa los ácidos orgánicos C5 a C7 en menos de 15 minutos.

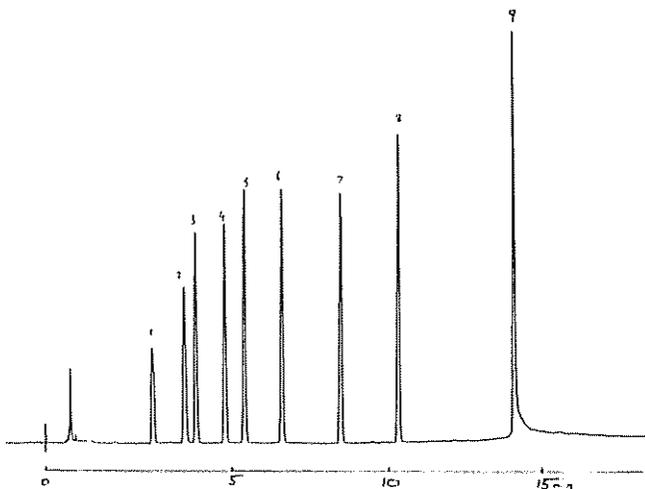


Fig. 1.—Columna BP 21, 12 m x 0.53 mm; 0.5  $\mu$ m. Tinitial: 85  $^{\circ}$ C, Ratio: 6  $^{\circ}$ C/min., Tfinal: 180  $^{\circ}$ C. Detector FID, Gas portador: He, 5ml/min. Muestra: Patrón sintético de ácidos orgánicos. 1-ácido acético, 2-ácido propanoico, 3-ácido isobutírico, 4-ácido butírico, 5-ácido isovalérico, 6-ácido valérico, 7-ácido hexanoico, 8-heptanoico, 9-ácido láctico.

La columna AO 15 (Fig. 2) para HPLC resuelve de forma rápida y eficaz los ácidos orgánicos más corrientes en alimentos.

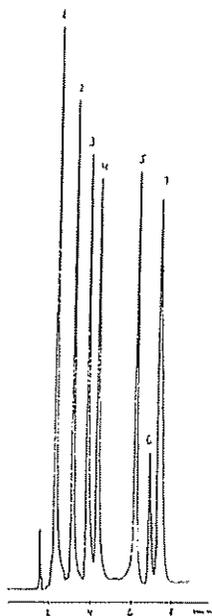


Fig. 2.—Columna AO-15, 15 cm x 4.6 mm. Fase móvil: H<sub>2</sub>O pH: 2.5 (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Temperatura: ambiente. Detector: UV. 210  $\mu$ m. Muestra: Patrón sintético de ácidos orgánicos. 1-Tartárico, 2-Málico, 3-Láctico, 4-Acético, 5-Cítrico, 6-Fumárico, 7-Succínico.

## INSTRUMENTACION

### Unitrex (extractor universal de residuos traza)

Constituye un nuevo sistema de limpieza de muestras (Clean-up) cómodo, sencillo, rápido, versátil, económico y eficaz:

- Comodidad por un diseño, ergonómico y reducido tamaño.

- Sencillez en su manejo, limpieza y preparación de las minicolumnas.

- Rapidez por su capacidad de procesar hasta 10 muestras simultáneamente en menos de una hora. En muchos casos las muestras pueden ser inyectadas directamente en el cromatógrafo de gases.

- Versatilidad por su aplicación a muestras de diferente naturaleza: grasas, aceites, mantequilla, queso, carne, vegetales...

- Economía en disolventes de hasta un 75% y el Florisil hasta un 90%.

- Eficacia con recuperaciones superiores al 90% a niveles inferiores a las ppm de pesticidas y fosforados.

Estas características convierten al Unitrex en una ventajosa alternativa respecto a los tradicionales métodos de extracción en columnas.

Sugelabor, S.A.

Sicilia, 36, Tel. (91) 501 39 36, Télex 42 114, Fax (91) 501 39 38, 28028 Madrid.



### KONIK EN CROMATOGRAFIA DE GASES

Nuevo catálogo de 10 páginas describe la serie C de los cromatógrafos Konik HRGC-3000 que incorpora a los tradicionales conceptos Konik de modularidad y capacidad de modernización permanente, una nueva interfase bidireccional RS232 y un horno de enfriamiento más rápido (de 250  $^{\circ}$ C a 50  $^{\circ}$ C en 5 minutos a temperatura ambiente de 18  $^{\circ}$ C).

Al inyector capilar multimodo le hemos añadido purga del séptum, mediante válvula controlada por el microprocesador que previene pérdida o discriminación de volátiles.

Se ha incorporado una versión de celda TCD para trabajar con capilares y se han rediseñado los detectores FID, ECD y NPD para facilitar su mantenimiento y simultáneamente normalizar más extremadamente su fabricación.

La gran facilidad con que se adaptan las válvulas inyectoras y de conmutación al chasis así como la facilidad de control de las mismas a través del microprocesador nos ha permitido abordar la normalización de configuraciones optimizadas para análisis específicos en la industria petroquímica (destilación simulada con capilares, gases de refinería, análisis para normas ASTM y UOP, etc.). Esta misma facilidad nos ha permitido abordar diversas soluciones a control de procesos.

Por último la serie C de los Konik HRGC-3000 se ofrecen en dos versiones, una a 220 V/50 Hz y otra para exportación a 110 V/60 Hz

## KONIK EN CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS

La serie B de los Konik 500 HPLC con display alfanumérico a interfase bidireccional fue presentada en la pasada Expoquimia. Un nuevo catálogo de 12 páginas describe con todo detalle las características de esta línea de HPLC cuyo nivel de automatización y prestaciones de conjunto a los cinco años de su lanzamiento no han sido aún igualados por ninguna otra marca

Konik ofrece una línea completa de detectores entre los que destaca el de barridos espectrales, similar al de fotodiodos, pero con mejor sensibilidad y eliminación de degradaciones fotoquímicas

## NUEVA DIRECCION DE KONIK EN ESTADOS UNIDOS

La filial de Konik en Estados Unidos ha trasladado sus instalaciones de Westport (Connecticut) a:

- 6065 N.W. 167th Street. Suite B-20
- Miami, Florida 33015 U.S.A.

Konik presenta a nivel internacional las nuevas series de cromatógrafos descritos, en los siguientes eventos:

- Pitcon, Chicago, del 4 al 8/3/91.
- Achema, Frankfurt, del 8 al 15/6/91.
- Chemasia Singapur, del 25 al 28/9/91.

Konik Instruments, S.A.

Ctra. Cerdanyola, 65-67, 08190 Sant Cugat del Vallés (Barcelona). Tel. (93) 674 32 50. Fax (93) 674 41 50.

Rosario Pino, 18, 28020 Madrid. Tel. (91) 571 67 84. Fax (91) 571 78 85.

Avda. del Puerto, 79, 12 puerta, 46021 Valencia. Tel. 362 26 04

# FISONS

Instruments

Como un avance más en el desarrollo de la micromatografía Carlo Erba Instruments (Grupo Fisons) ha presentado en el reciente 13th Symposium Internacional de Cromatografía Capilar el pasado mes de mayo en Riva del Garda las siguientes novedades:

### a) Detector de masas, mod. QMD1000 (nuevas prestaciones).

Nuevas prestaciones han sido incorporadas al detector de masas QMD-1000.

A las inmejorables características técnicas que ya poseía.

- Rango de 2 a 1.000 amu
- Velocidad de scanning hasta 6.000 amu/sec.
- Cuadropolo con pre-filtros para evitar contaminación.

Carlo Erba ha añadido:

- Interfase para LC/MS Particle Beam Link, que permite utilizar un LC/MS con la facilidad del CG/MS.
- Librería Wiley con una base de datos espectrales de 130.000 espectros.

- Sistema de búsqueda HyperSearch, la fórmula más rápida de búsqueda en librería para trabajos en rutina

Con estas características, el QMD-1000 es un detector capaz de acoplarse a todas las técnicas cromatográficas CG/MS, LC/MS, SFC/MS y on-line LC-GC/MS, convirtiéndose en el más versátil y completo sistema de masas cuadropolo "Benchtop".

### b) Nuevo extractor con fluidos supercríticos mod. DFE3000.

Carlo Erba ha introducido este nuevo sistema modular diseñado para extracción con fluidos supercríticos en método preparativo y analítico, pudiendo hacer acoplamientos SFE-CG y SFE-SFC.

Esta flexibilidad hace del analizador SFE3000 el extractor ideal para cualquier tipo de necesidad.

El SFE-3000 es posible en dos configuraciones básicas:

- Sistema de extracción con una celda
- Sistema de extracción multicelda,

pudiendo trabajar en programas de presión/densidad y con modificadores orgánicos de polaridad para mejorar la extracción con CO<sub>2</sub> en cualquier tipo de sustancia.

### c) On-Line HPLC-HRGC/MS.

Para analizar muestras altamente complejas, Carlo Erba Instruments ha desarrollado el Dualchrom 3000, el primer sistema automático HPLC-HRGC On-Line.

El Dualchrom 3000 se caracteriza por su eficiente pre-separación de la muestra con lo que se eliminan las desventajas de los métodos off-line con engorrosas manipulaciones de líquidos y pérdidas de soluto.

Además el Dualchrom 3000 puede conectarse a un detector de masas mod. QMD 1000 facilitando la positiva identificación de los componentes en muestras complejas con una total rutina.

### d) Nuevo muestreador automático Head Space mod. HS500.

Carlo Erba acaba de introducir el nuevo muestreador automático Head Space Mod. HS-500, que puede ser instalado en todos los cromatógrafos de la serie Mega y Vega.

Gracias a su control a través del microprocesador y a los algoritmos empleados en la termorregulación permite reproducir cuantitativamente cualquier tipo de análisis.

El HS500 incorpora un soporte para 32 viales y un sistema eléctrico de calentamiento donde cada vial individualmente puede ser calentado entre 40 y 150 °C en incrementos de 1 °C durante el tiempo deseado. Este funcionamiento incrementa la reproducibilidad y reduce el tiempo de análisis cuando analizamos muestras viscosas y sólidas.

**e) Nuevo detector fotométrico de llama, mod. FPD-50.**

Carlo Erba Instruments ha desarrollado el nuevo FPD 50 basado en la investigación del mecanismo de la emisión fotométrica. Por primera vez, la relación señal/ruido ha sido incrementada en un orden de magnitud en comparación con los detectores fotométricos de llama convencionales, gracias al diseño de la cámara de combustión.

Opcionalmente el FPD-50 extiende su rango de aplicación a 350 °C permitiendo trabajar en alta temperatura.

Se puede incorporar un segundo fotomultiplicador con diferentes filtros que permiten obtener respuestas

simultáneas para compuestos azufrados y fosforados, en una sola inyección, sin afectar a la sensibilidad.

Como podrán apreciar, es una constante en Carlo Erba Instruments el desarrollo de nuevos productos en el campo de la microcromatografía para cubrir cualquier necesidad cromatográfica.

– HRGC, HRGC/MS, Micro Lc, HPLC/MS, HPLC-HRGC/MS, SFC, SFC/MS y SFE-SFC/MS.

Para ampliar esta información pueden dirigirse a una de nuestras oficinas comerciales en España:

Madrid: 908 605 164/165.

Barcelona: (93) 210 02 53-284 54 69.

Bilbao: (94) 444 76 70.

Sevilla: (95) 442 50 62.

---

## Humor, *por Lopesánchez*



—La promoción de este mes es, que al comprar una columna de HPLC, regalamos un cromatógrafo.



**NUESTRA TRADICIÓN ES EL PROGRESO**

Desde 1851 Heinrich Emanuel Merck garantiza la máxima calidad de sus productos. Hoy esta garantía sigue siendo nuestro compromiso.

El sistema de instrumentos LiChroGraph® para HPLC es un producto destacado en nuestra empresa, marcando la pauta en la HPLC analítica.

Igoda, S.A., Apdo. 47  
08100 Mollet del Vallés (Barcelona)

**MERCK**

# Algo extraordinario está sucediendo

El concepto del nuevo cromatógrafo de gases de PERKIN ELMER es relativamente sencillo: Que permita hacer al cromatógrafo lo que había estado soñando.

Encontrarse con un AutoSistema cromatográfico:

Es el primer cromatógrafo de gases con un inyector de líquidos totalmente integrado, ofreciéndole la máxima flexibilidad en la inyección de muestras.

Su concepción se basa en la fiabilidad y versatilidad, para incrementar la productividad y control de calidad en cualquier tipo de laboratorio.

Con los sistemas de tratamiento de datos PE Nelson, se alcanza el máximo nivel de comunicaciones y de control del AutoSistema Cromatográfico.

Su nivel de seguridad, unido a la fácil auditoría de resultados, lo hacen idóneo para el cumplimiento estricto de las G.L.P.

Para más información o demostración del AutoSistema Cromatográfico, puede contactar con cualquiera de nuestras oficinas:

## PERKIN ELMER

**Madrid, 28034**  
La Masó, 2  
Tel. (91) 734 04 00

**Bilbao, 48014**  
Avda. Lehendakari Aguirre, 11  
Tel. (94) 447 10 21

**Sevilla, 41011**  
Av. Rep. Argentina, 39  
Tel. (954) 45 70 22

**Zaragoza, COMERCIAL RAFER**  
Bologna, 12  
Tel. (976) 23 74 00

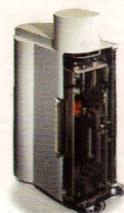
**Santiago de Compostela, HORTAS**  
Polígono El Tambre  
Vía Edison  
Ciudad del Transporte, Nave 86  
Tel. (981) 57 20 20

**Barcelona, 08017**  
General Vives, 25-27  
Tel. (93) 212 22 58

**Valencia, 46008**  
Buen Orden, 11  
Tel. (96) 325 17 52

**Granada, 18008**  
Compositor Ruiz Aznar, 15  
Tel. (958) 11 96 12

**Gijón, DISMED SA**  
General Solchaga, 5  
Tel. (985) 34 27 05



*Un inyector automático integrado, con nuevas prestaciones en flexibilidad y control.*



*Teclado simplificado, con teclas codificadas y diferentes colores funcionales, para controlar el inyector automático y el cromatógrafo.*



*El sistema de tratamiento de datos OMEGA de PE Nelson, permite el control cromatográfico con capacidad multiusuario.*



*El integrador Personal PE Nelson Modelo 1020, con gráficas en pantalla y un disco de 20-MB.*



*Perkin Elmer les ofrece experiencia, conocimientos, red de oficinas locales, servicio y departamentos de soporte y educación, al servicio de todos nuestros usuarios.*