

**C**romatografía y

**T**écnicas

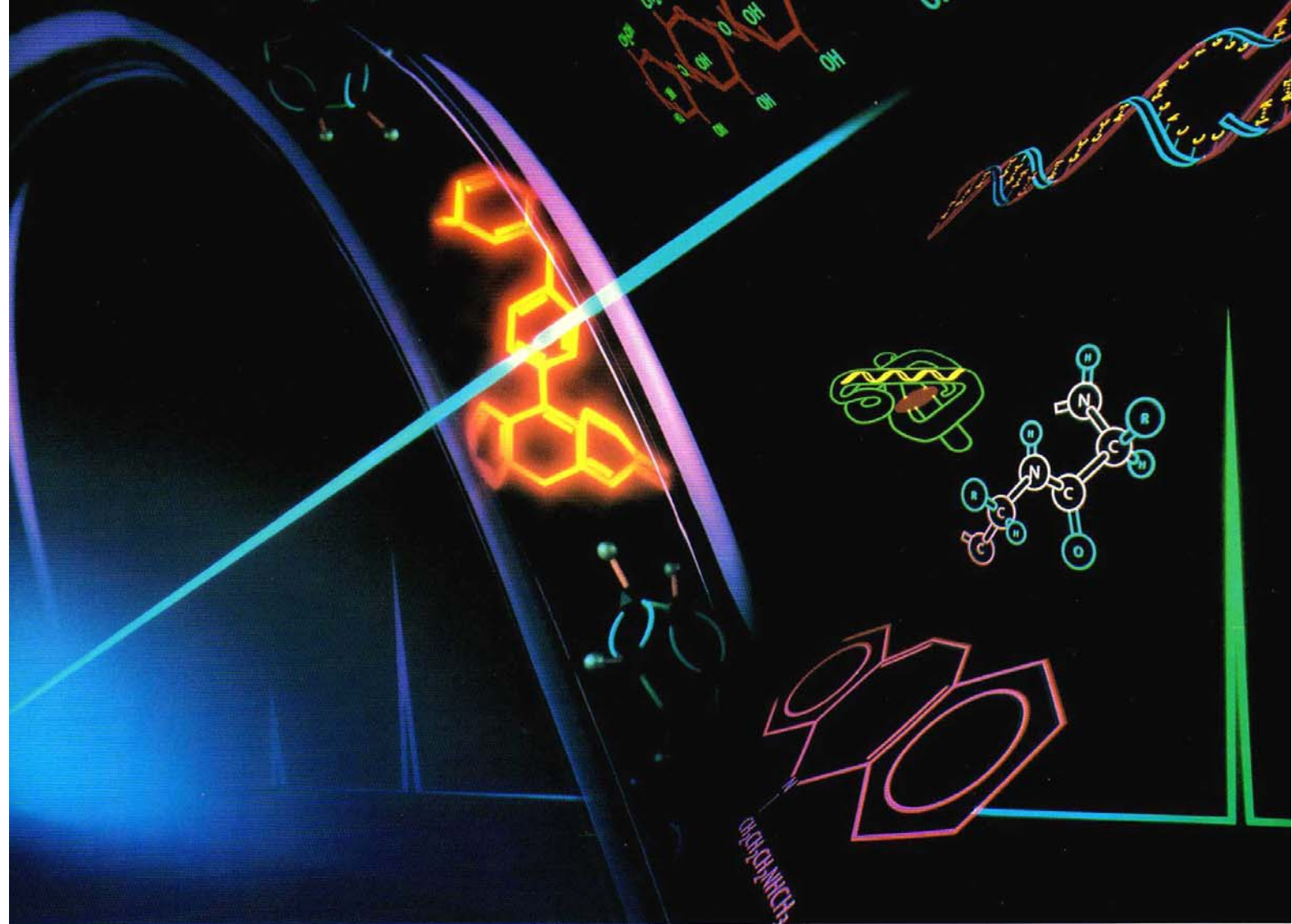
**A** fines



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

**Volumen 14. Núm. 2 (1993)**





Introducimos la Detección por Fluorescencia Inducida por Láser  
El Sistema de Electroforesis Capilar de Alta Sensibilidad

## La Nueva Generación en CE

*Abrimos Nuevas Fronteras en la Investigación*



*El sistema P/ACE LIF ofrece un cambio drástico en las ciencias de separación.*

Desde hace tres años, Beckman es el líder en Electroforesis Capilar (CE) con la introducción del Sistema P/ACE 2000 CE. El P/ACE permitía separaciones de muy elevada resolución y rapidez utilizando nanolitros de muestra. Ahora Beckman le ofrece algo revolucionario.

El sistema P/ACE con Detección por Fluorescencia Inducida por Láser (P/ACE LIF) combina el extraordinario poder de resolución de la CE con una sensibilidad sin precedentes, hasta 500 veces superior a la obtenida por detección UV.

La combinación de estas dos características en el Sistema P/ACE LIF nos permite obtener información única y distintiva frente a las principales técnicas de separación.

El Sistema P/ACE LIF es la instrumentación más innovadora para el análisis de fármacos, hidratos de carbono, ácidos nucleicos, proteínas y péptidos.

El nuevo Detector Modular P/ACE LIF se intercambia de forma rápida con el actual Detector Modular P/ACE UV, pudiendo obtener en minutos información de ambos detectores.

Y siempre con la garantía Beckman en aplicaciones, mantenimiento, y soporte total de las necesidades de su laboratorio.

Para ver con esta nueva luz en Electroforesis Capilar, llámenos por teléfono o escribanos a:

BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.  
Avda. Llano Castellano, 15 (28034 MADRID) Tel. (91) 358 00 51

BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.  
Sabino de Arana, 46-48 (08028 BARCELONA) Tel. (93) 339 97 16

BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.  
Virgen de la Estrella, 13 (41011 SEVILLA) Tel. (95) 445 58 17

# BECKMAN

## CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, diciembre de 1993. Vol. 14, núm. 2

ISSN 1132-1369

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

### ÍNDICE

50 EDITORIAL

51 ARTÍCULOS

Derivados utilizados para el análisis de aminoácidos por cromatografía de gases, *por J.A. Gangóiti.*

57 Micro-LC: estado actual de la técnica, *por J. Traveset, V. Such y E. Gelpí.*

#### NOMENCLATURA

63 Abreviaturas y términos en espectrometría de masas, *por L.I. Esteban.*

#### INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

69 Trabajos de la Reunión de Granada publicados en el Journal of Chromatography.

70 Artículos de interés.

73 Reseña de libros.

74 Comités editoriales.

#### NOTICIAS DEL GCTA

75 La reunión científica de 1993.

Asamblea anual.

Próxima Reunión.

Reunión del Grupo Local de espectrometría de masas en Barcelona.

76 Nuevos socios.

#### INFORMACIONES

78 Informe sobre las VI JAI.

78 Algunos datos sobre la Expoquimia 93

79 Calendario de actividades.

#### NOVEDADES TÉCNICAS

83 De nuestras empresas colaboradoras.

Editora: – Isabel Martínez Castro  
Instituto de Química Orgánica General, CSIC  
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid - Tel. 562 29 00, ext. 212.

Publicidad: – José Luis Andréu  
Instituto de Fermentaciones Industriales, CSIC  
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid - Tel. 562 29 00, ext. 219.

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

Depósito legal: M-1.902-1975.

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



# Editorial

Al terminar el año siempre parece propicio reflexionar sobre nuestras actividades durante el curso del mismo y en este sentido creo que la evaluación global para el Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines puede ser una vez más claramente positiva. Las actividades más destacadas del GCTA en 1993, aparte de continuar con la tendencia de años anteriores de crecimiento notable en el número de socios (76 altas, 5 bajas, socios 687), han sido la celebración de la XXII Reunión Anual en el marco de las VI Jornadas de Análisis Instrumental en Expoquímica en Barcelona, la publicación del *Journal of Chromatography* con un total de 40 artículos de los trabajos presentados en Granada el año pasado y la puesta en marcha de un Grupo Local de Espectrometría de Masas en Barcelona.

En lo referente a las JAI y puesto que este boletín contiene una buena reseña de las mismas preparada por el doctor Manuel Dabrio, sólo quiero destacar tres aspectos así como mi felicitación a don Juan Manuel Otero, director de Expoquímica, por el éxito de organización. Por un lado, y en lo que a la Junta directiva del GCTA le concierne, creo justificado reclamar para el futuro una mayor representatividad de nuestro grupo en el comité organizador y científico de las JAI siempre que como en este año la aportación científica del GCTA al programa de las jornadas sea cualitativa y cuantitativamente tan marcada. Por otro lado, es justo que nos orgullezca el que el Premio Hidalgo patrocinado por Perkin-Elmer Hispania al trabajo más significativo presentado en las JAI hubiese recaído esta vez en miembros del GCTA. Por último, merece una mención especial la política seguida por la Junta directiva en el sentido de no regatear esfuerzos a la hora de apoyar a nuestros jóvenes investigadores con la concesión de un nutrido número de becas de asistencia, que en esta ocasión totalizaron 43. Sin embargo, como nota para reflexionar diría que a la vista de los resultados todo lo que se consigue muy fácilmente corre el peligro de no ser suficientemente apreciado. Por ello, se impone una revisión de los criterios de concesión de estas ayudas aunque no de su número, que debería mantenerse tan elevado como las arcas del GCTA puedan soportar.

Después de la XXI Reunión Anual de Granada recogimos un total de 43 trabajos de los cuales 41

fueron considerados aptos en su contenido y forma para ser enviados al *Journal of Chromatography*. De estos, como se indica en el prefacio del volumen especial 40 pasaron con éxito el proceso de revisión y fueron finalmente aceptados para su publicación. ¡Un índice de aceptación realmente sorprendente para una publicación internacional de tanta entidad! La nota negativa es que debido al exceso de trabajos aceptados, según Elsevier muy superior a lo previsto, 22 de ellos aparecen en el volumen especial y el resto distribuidos en otros dos números (ver información detallada en pág. 69). Hablo en representación de todo la Junta directiva del GCTA cuando digo lo mucho que nos enorgullece el haber conseguido plasmar por segunda vez en las páginas del *Journal of Chromatography* el potencial de buena parte de la cromatografía en España. Seguiremos en la misma línea tanto para los manuscritos derivados de la pasada reunión de las JAI como para los de la XXIII Reunión a celebrar el próximo mes de octubre en Peníscola.

Otra actividad que me permite introducir el tema de los grupos locales es la celebración con gran éxito (casi 90 participantes) de la I Reunión del Grupo Local de Espectrometría de Masas en Barcelona a principios de este mes de diciembre (ver pág. 75). La idea la propuse en la pasada Reunión de Granada y recuerdo haber insistido en la conveniencia de crear otros grupos locales en distintas partes del país dedicados a la discusión y promoción de este o de otros temas de interés para los socios del grupo. El GCTA está dispuesto a ayudar en lo que sea necesario pero naturalmente estas acciones dependen de la iniciativa local, hasta el momento no muy destacable en cuanto a actividad. ¡Esperemos un cambio positivo para el próximo año! Me congratula que el doctor Damià Barceló haya aceptado el hacerse cargo en Barcelona de este grupo de Espectrometría de masas en un momento en que esta técnica está finalmente despertando un gran interés en nuestro entorno académico e industrial. Por mi parte espero poder ser útil en este aspecto desde mi nueva posición de editor de la revista *Biological Mass Spectrometry*.

**Emilio Gelpí**  
Presidente



# Derivados utilizados para el análisis de aminoácidos por cromatografía de gases

J.A. Gangoiti

Instituto de Química Orgánica General (CSIC)

Juan de la Cierva, 3

28006 Madrid

Las técnicas cromatográficas conjugan una capacidad elevada de separación en mezclas complejas con una sensibilidad y una precisión notables. Estos factores les confieren la posibilidad de determinar todos los aminoácidos presentes en una muestra biológica en un sólo análisis, por lo que son las técnicas más utilizadas para la cuantificación de aminoácidos. Dentro de las técnicas cromatográficas, quizás la más extendida es la cromatografía de intercambio iónico (IEC) con detección post-columna con ninhidrina, desarrollada en primer lugar por Moore y col.<sup>1</sup> Los equipos analizadores de aminoácidos basados en IEC presentan una serie de inconvenientes al compararlos con la cromatografía de gases (GC) y la cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC), como son: altos costes, moderada sensibilidad, tiempos de análisis elevados, falta de versatilidad para otros tipos de análisis y dificultades de acoplamiento con un espectrómetro de masas.

Tanto en GC como en HPLC se precisa la formación de derivados para el análisis de aminoácidos. Los derivados actualmente utilizados en HPLC (dansilación, dabsilación, reacción con orto-ftaldialdehído, etc.) son reacciones rápidas (2-3 min) en medio acuoso que conducen a derivados fuertemente fluorescentes.<sup>2</sup> La cromatografía de gases tiene un elevado poder de resolución y una velocidad de análisis alta, pero el paso de preparación de los derivados, dada la estructura zwitteriónica de los aminoácidos, la hace más lenta que HPLC, ya que es necesario proteger todos los grupos polares para obtener derivados suficientemente volátiles; sin embargo la cromatografía de gases permite, en general, detectar cantidades menores de muestra.

**Tabla 1.** Límites de detección para las distintas técnicas cromatográficas, en el análisis de aminoácidos.<sup>3,4</sup>

Técnica	Detección	Límite detección
IEC	ninhidrina	10 ng
HPLC	fluorescencia (OPA)	1 ng
GLC	ionización de llama (FID)	100 pg
	captura de electrones (ECD)	10 pg
	llama alcalina	5 pg
	detector MS (SIM)	1 pg

La preparación de los derivados es la parte que más tiempo consume de todo el proceso de análisis

por lo que debe ser tan rápida y precisa como sea posible. Los requisitos ideales serían:<sup>5</sup>

1) Utilización de un reactivo en un paso de reacción único y rápido.

2) Preparación de derivados estables, que no descompongan con el paso del tiempo, ni en la columna

3) Posibilidad de separar los derivados por completo en una columna y con un solo programa de temperatura.

Antes de 1968 no existía ningún procedimiento general para el análisis de los veinte aminoácidos proteicos.<sup>3</sup> A partir de entonces y hasta nuestros días, aparecen numerosos artículos en la bibliografía con procedimientos alternativos o con otras técnicas de preparación de derivados que permiten llevar a cabo análisis cuantitativos con éxito.

## Derivados tipo ésteres alquílicos N-acilados.

El procedimiento más extendido en la preparación de derivados volátiles de aminoácidos, consiste en la esterificación del grupo carboxilo y en la acilación del grupo  $\alpha$ -amino y los demás grupos funcionales presentes en la cadena lateral (OH, SH, NH<sub>2</sub>), en un paso adicional.

El paso de esterificación consiste en el tratamiento con el alcohol catalizado con ácido clorhídrico en condiciones anhidras, con o sin extracciones azeotrópicas de agua.<sup>6,7</sup> Los alcoholes utilizados son: metanol,<sup>8</sup> n-propanol,<sup>6,9,10</sup> isopropanol,<sup>11</sup> n-butanol,<sup>9</sup> isobutanol,<sup>12</sup> n-pentanol (alcohol n-amílico) y 3-metil-1-butanol (alcohol isoamílico).<sup>13,14</sup> La mezcla de esterificación alcohol/HCl se prepara haciendo pasar a través del alcohol HCl gas previamente generado, o con cloruro de acetilo.<sup>13,15,16</sup> Las condiciones de esterificación representan un compromiso entre la baja solubilidad de los aminoácidos básicos en HCl concentrado, y la falta de reactividad de los aminoácidos voluminosos que hace necesario el uso de temperaturas elevadas (110-120 °C, 30 min).<sup>10</sup> Este medio ácido es el responsable de la oxidación de las amidas, glutamina y asparagina, a los diácidos carboxílicos correspondientes (glutámico y aspártico) de manera que es imposible la determinación de éstas por separado.<sup>17</sup> El anillo de indol, presente en la estructura del triptófano, es susceptible de verse afectado por el medio ácido, aunque se consiguen análisis reproducibles.<sup>6,18</sup>

Las condiciones de esterificación y acilación son incompatibles. Esto obliga a un paso intermedio de



evaporación del exceso de reactivo, generalmente mediante una corriente de nitrógeno seco. Como reactivos de acilación se han utilizado el anhídrido acético,<sup>6,10</sup> y sobre todo anhídridos perfluorados, como el anhídrido trifluoroacético (TFAA),<sup>3</sup> o el anhídrido heptafluorobutírico (HFBA).<sup>19,20,21</sup>

En este paso también son necesarias temperaturas elevadas (150 °C) para poder acilar de manera reproducible la arginina.<sup>19</sup> El exceso de reactivo de acilación se suele eliminar mediante evaporación con nitrógeno seco. Este paso de evaporación presenta un posible inconveniente, ya que si los derivados formados son muy volátiles (p. ej. ésteres metílicos de N-acil-aminoácidos) pueden observarse pérdidas en los aminoácidos de menor peso molecular. Esto condujo al uso de alcoholes más pesados, sobre todo butílicos, incluso amílicos.<sup>13,14</sup> Aquí aparece el problema adicional de la falta de solubilidad de los aminoácidos en estos alcoholes, lo que conduce a la utilización de condiciones más enérgicas, o en ocasiones al empleo de reacciones de transesterificación.<sup>13,14</sup>

El anillo de imidazol de la histidina pierde el grupo acilo, pasando a derivado monoacilado, lo que impide llevar a cabo análisis reproducibles de la misma. Para evitar este problema se recurre a la coinyección de anhídridos junto con la mezcla que contiene los derivados pertinentes de los aminoácidos. Los anhídridos utilizados con esta finalidad son: anhídrido trifluoroacético (TFAA),<sup>18</sup> anhídrido heptafluorobutírico (HFBA),<sup>10</sup> anhídrido etoxifórmico (EFA),<sup>9,15</sup> y por último anhídrido acético,<sup>21,19</sup> que parece conducir al derivado más estable. Otros autores proponen convertir la arginina en ornitina por tratamiento enzimático con una arginasa y la histidina en ácido aspártico por ozonólisis.<sup>22</sup>

Dentro de los derivados tipo éster alquílico N-perfluoroacilados los más utilizados son los derivados tipo éster butílico N(O,S)-TFA, introducidos hacia 1968 y desarrollados por Gehrke y col.,<sup>3</sup> y los derivados tipo éster isobutílico N(O,S)-HFB desarrollados por MacKenzie y col., introducidos para resolver algunos problemas presentes en los derivados anteriores.<sup>12</sup> El comportamiento cromatográfico comparativo de los distintos derivados ha sido objeto de varios estudios.<sup>23,24,25</sup> El uso de derivados perfluorados conduce a compuestos con buena respuesta en detectores de captura de electrones (ECD).<sup>26</sup> La presencia del grupo amino hace interesante su estudio con un detector termoiónico de nitrógeno y fósforo (NPD).<sup>27</sup> Los espectros de masas [EI, Cl(CH<sub>4</sub>)] de los ésteres butílicos de N-TFA-aminoácidos,<sup>28,29,30</sup> ésteres isobutílicos de N-HFB-aminoácidos,<sup>31</sup> ésteres isoamílicos de N-HFB-aminoácidos,<sup>13</sup> se encuentran registrados e interpretados.

### Derivados trimetilsilil (TMS).

El grupo trimetilsililo es uno de los grupos protectores más universales frente a los distintos grupos funcionales. A esto se añade la ventaja de que la formación de los derivados tiene lugar en un sólo paso no

oxidante, sin transferencias, ni evaporaciones. El método permite la determinación de glutamina y asparagina como tales.<sup>32</sup> Por estos motivos, la obtención de los ésteres trimetilsililados de los N(O,S)-trimetilsilil aminoácidos constituye una alternativa interesante.

El desarrollo de los diversos reactivos de trimetilsililación (abreviado sililación) ha sido ampliamente revisado por Gehrke y col.<sup>33</sup> Los reactivos más potentes son N,O-bis-(trimetilsilil)acetamida (BSA) y N,O-bis-(trimetilsilil)trifluoroacetamida (BSTFA). En el análisis de aminoácidos el reactivo más utilizado es BSTFA; ya que el subproducto derivado de éste, N-TMS-trifluoroacetamida, no interfiere en el cromatograma con los derivados de los aminoácidos.<sup>33</sup>

La preparación de los derivados trimetilsililados de los aminoácidos no ha sido ampliamente adoptada como método de análisis cuantitativo por una serie de inconvenientes que presentan y que los hacen poco atractivos pese a las ventajas antes mencionadas. En primer lugar se requieren tiempos de reacción prolongados y temperaturas elevadas: los aminoácidos glicina, arginina y ácido glutámico requieren 2,5 horas a 135-150 °C<sup>34</sup> o 45 minutos a 140 °C.<sup>32</sup> La glicina puede sustituir los dos hidrógenos ácidos del grupo α-amino por falta de impedimento estérico. El ácido glutámico se cicla al ácido 2-pirrolidón-5-carboxílico o ácido piroglutámico:

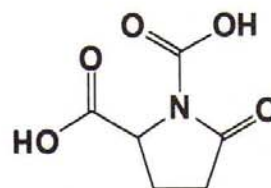


Fig. 1. Esquema del ácido piroglutámico.

La arginina puede dar hasta tres derivados dependiendo de los diferentes grados de sustitución del grupo guanidino. La lisina puede sustituir uno, o los dos hidrógenos ácidos del grupo ε-amino. La histidina y el triptófano pueden presentar dos derivados cada uno según se sililen o no los heterociclos correspondientes (imidazol e indol). Asparagina y glutamina conducen a la formación de dos picos.<sup>33,34,35</sup> Los derivados formados son muy lábiles frente a la hidrólisis, sobre todo el enlace Si-N, por lo que los grupos N-TMS se rompen fácilmente.<sup>36</sup> Los espectros de masas [EI, Cl(CH<sub>4</sub>)] correspondientes se encuentran recogidos en la bibliografía.<sup>28,37</sup>

Se han descrito métodos híbridos entre la preparación de los derivados tipo éster alquílico N(O,S)-perfluoroacilados y los derivados tipo N(O,S)-trimetilsililados, como el caso de los ésteres butílicos de los aminoácidos N-trimetilsililados,<sup>38</sup> o los ésteres trimetilsililados de los N-acetil-aminoácidos desarrollados por Rühlmann y col.<sup>5</sup> Estos métodos no ofrecen ventajas adicionales sobre los métodos originales ya que la preparación consta de dos pasos.



### Derivados *terc*-butildimetilsilil (TBDMS).

El desarrollo de N-metil-N-(*terc*-butildimetilsilil)trifluoroacetamida (MTBSTFA)<sup>39</sup> permite una nueva aproximación a la preparación de derivados en un solo paso, ya que facilita la *terc*-butildimetilsililación en poco tiempo de grupos tiol, amino (primarios y secundarios) y grupos hidroxilo impedidos estéricamente.

Los derivados N(O,S)-*terc*-butildimetilsililados (TBDMS) de los aminoácidos son unas 10<sup>4</sup> veces más estables frente a la hidrólisis que los derivados trimetilsililados (TMS).<sup>36</sup> La sustitución múltiple de los átomos de nitrógeno, un inconveniente de los derivados TMS, no tiene lugar, excepto en el caso de arginina,<sup>40,41,42</sup> o triptófano.<sup>41,43</sup> Los derivados TBDMS son estables a los reactivos de trimetilsililación, lo que permite la formación de derivados mixtos.<sup>36</sup>

El tiempo consumido en la preparación de los derivados depende del disolvente utilizado en la reacción: con N,N'-dimetilformamida (DMF), el tiempo oscila entre 30 min<sup>41</sup>, 41, 42 y 60 minutos<sup>43</sup> a temperaturas comprendidas entre 50-75 °C; con acetonitrilo como disolvente, se emplean desde 60-150 minutos<sup>40,44</sup> a 95-150 °C, hasta una noche entera a temperatura ambiente.<sup>45</sup> En algunos casos se utiliza TBDMCS como catalizador.<sup>40,42</sup>

Los derivados TBDMS permiten la separación y cuantificación de asparagina y glutamina.<sup>46</sup> La histidina forma un derivado estable.<sup>36</sup>

Estos derivados presentan espectros de masas con elevada información diagnóstica, ya que aparece un fragmento abundante a 57 uma menos que el ion molecular, que representa la salida de un radical *terc*-butilo<sup>45</sup> por lo que pueden utilizarse en espectrometría de masas cuantitativa mediante registro selectivo de iones (SIM).<sup>44</sup> Se han publicado los espectros de masas, en modo de impacto electrónico (EI)<sup>41</sup> y en modo de ionización química con metano [Cl(CH<sub>4</sub>)].<sup>42</sup>

### Derivados tipo oxazolidinonas.

La condensación de los aminoácidos con halógenoacetonas conduce a la formación de derivados cíclicos. En concreto la reacción de 1,3-dicloro-1,1,3,3-tetrafluoroacetona (DCTFA) da lugar a 2,2-*bis*-clorodifluorometil-1,3-oxazolidin-5-onas sustituidas en la posición 4, bloqueando el grupo ácido y el grupo α-amino del aminoácido en un solo paso. Fig. 2.

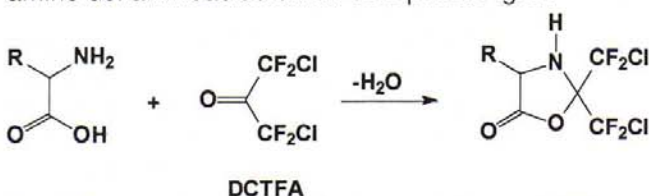


Fig. 2. Esquema de la reacción de un aminoácido con DCTFA para dar una oxazolidinona.

Para resolver los problemas de solubilidad de los aminoácidos en DCTFA se utiliza acetonitrilo como disolvente y piridina como catalizador.<sup>47,48</sup> Las oxazolidinonas de los aminoácidos con cadena lateral alquílica pueden ser analizadas directamente por cromatografía de gases.<sup>49</sup>

Los aminoácidos con grupos funcionales adicionales en la cadena lateral requieren distintos tratamientos químicos. Los aminoácidos aspártico y glutámico necesitan una esterificación con DCTFA en metanol.<sup>50</sup> El resto de los grupos funcionales (OH, NH<sub>2</sub>) se acilan con anhídridos perfluorados, generalmente anhídrido heptafluorobutírico (HFBA). También se han descrito acilaciones con anhídrido trifluoroacético (TFAA), pero conducen a peores resultados. La histidina se trata con cloroformatos.<sup>51</sup> Finalmente arginina, asparagina y glutamina precisan una segunda acilación más enérgica, ya que los derivados de las amidas se destruyen en el paso de extracción necesario para eliminar el exceso de piridina y DCTFA.<sup>50</sup> En estas condiciones asparagina y glutamina sufren una deshidratación para dar un nitrilo. Los problemas iniciales de absorción de los derivados de histidina, triptófano y cistina en la columna por interacción con los soportes cromatográficos, se resolvieron con el uso de columnas capilares con fases de polaridad media.<sup>52</sup>

Las ventajas que ofrece este método (análisis simultáneo de los aminoácidos dicarboxílicos y sus amidas correspondientes; buena reproducibilidad en los análisis de los derivados de histidina, arginina, triptófano y cistina; buena respuesta en detectores de captura de electrones (ECD) y tiempo de preparación de los derivados relativamente corto (20 min) quedan disminuidas por la necesidad de múltiples pasos de reacción y condiciones para poder determinar todos los aminoácidos proteicos en un solo análisis.

### Derivados tipo éster alquílico N-alcoxicarbonil.

La utilización de los cloroformatos de alquilo en el análisis de aminas, fenoles y ácidos carboxílicos por cromatografía de gases ha sido recientemente revisada por Husek.<sup>53</sup> La introducción de los cloroformatos de alquilo en el campo del análisis de aminoácidos por cromatografía de gases, tiene lugar hacia 1976 cuando Makita y col.<sup>54</sup> preparan los derivados N-isobutíloxycarbonil (N-isoboc) por tratamiento con cloroformato de isobutilo (isoBCF) en medio acuoso alcalino, extráen los derivados con éter etílico y preparan, por último, los ésteres metílicos con diazometano.

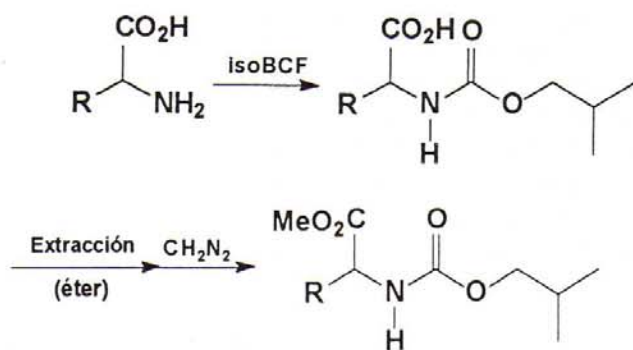


Fig. 3. Esquema de los derivados éster metílico N-isoboc.



Debido a que no existen fases estacionarias capaces de separar todos estos derivados, es necesario el uso de un sistema cromatográfico de dos columnas simultáneamente en las mismas condiciones de temperatura.<sup>55</sup> La ventaja que ofrece este método respecto a los métodos vistos hasta ahora es que procede suavemente a temperatura ambiente; tolera la presencia de agua en el medio de reacción, ya que los derivados son resistentes a la hidrólisis; y permite la determinación de glutamina y asparagina. La mayor limitación del método consiste en la imposibilidad de analizar arginina. Para resolver este problema puede convertirse la arginina en ornitina por tratamiento enzimático previo con arginasa.<sup>22</sup>

Continuando con esta filosofía de formación de los derivados en dos etapas (tratamiento con cloroformatos de alquilo y esterificación posterior del grupo carboxilo), Kim y col.<sup>56</sup> han desarrollado recientemente un método que permite la formación de los derivados TBDMS N-isoBOC aminoácidos, por tratamiento con isoBCF y MTBSTFA. Esta variante presenta las mismas ventajas e inconvenientes que el método anterior, con la ventaja adicional de que se puede utilizar en GC-MS-SIM, como ya se ha visto. Otro inconveniente es que los aminoácidos serina y treonina dan lugar a dos derivados.

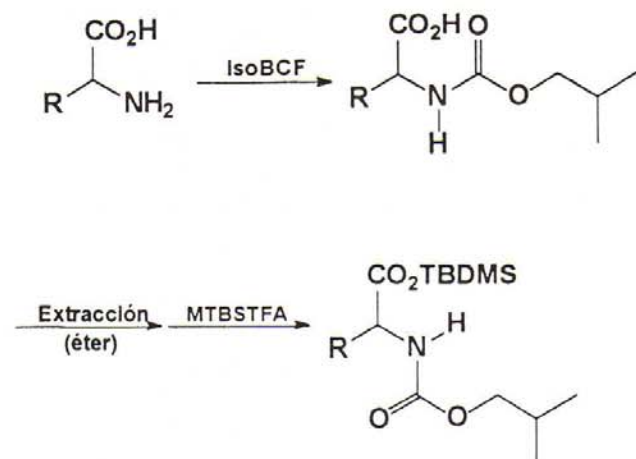


Fig. 4. Esquema de los derivados *tert*-butildimetilsilil N-isoBOC.

Hacia 1989 Husek adapta el uso de los cloroformatos de etilo (ECF) y de metilo (MCF) a la preparación de los ésteres alquílicos de ácidos grasos.<sup>57</sup> Como continuación de este estudio también establece las condiciones para preparar los derivados de los aminoácidos tipo éster alquílico N(O,S)-alcoxicarbonil.<sup>58,59,60</sup> Las conclusiones que se desprenden de estos trabajos es que si la composición del medio de reacción es la adecuada, el cloroformiato, a diferencia de los métodos de Makita y col.<sup>55</sup> y Kim y col.<sup>56</sup>, esterifica los grupos carboxilo y reacciona simultáneamente, en un solo paso, con otros grupos funcionales que presentan hidrógenos activos, de una manera suave y rápida, tolerando la presencia de agua.

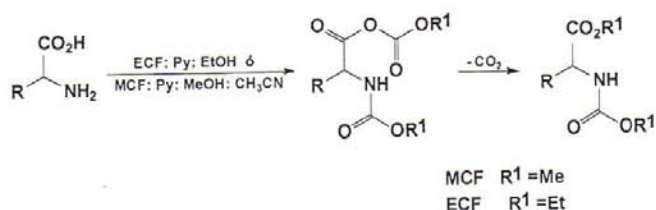


Fig. 5. Esquema de los derivados éster etílico N(O,S)-etoxicarbonil y éster metílico N(O,S)-metoxicarbonil.

La presencia de piridina en el medio de reacción es necesaria, ya que por debajo de cierta concentración la reacción de esterificación no tiene lugar.<sup>57</sup> La presencia de alcohol no es necesaria ya que se forma siempre una pequeña cantidad como resultado de una descomposición parcial del reactivo en el medio.<sup>58,59</sup>

De los grupos funcionales presentes en las cadenas laterales de los aminoácidos proteicos no todos se ven alterados por la acción de los cloroformatos, como ya se ha indicado,<sup>54</sup> el resto imino del grupo guanidino de la arginina no reacciona con éstos y no eluye de la columna cromatográfica, mientras que los grupos  $\beta$ -hidroxilo de serina y treonina, y el anillo de indol del triptófano permanecen inalterados, aunque esto no impide su elución.<sup>58</sup>

Algunos aminoácidos conducen a la formación de derivados dobles como consecuencia de un proceso de ciclación. El ácido glutámico, aparte del derivado tipo éster etílico N,O-di-alcoxicarbonil, da lugar al ácido piroglutámico; la ornitina aparte derivado esperado genera también 3-aminopiperidinona. Este problema se minimiza acidificando el medio con ácido clorhídrico diluido (20-25 mM). En el caso de que se utilice cloroformiato de metilo (MCF) se añade acetoneitrilo. La asparagina y la glutamina sufren una deshidratación para dar los nitrilos correspondientes (ácidos 2-amino-3-cianopropanoico y 2-amino-4-cianobutanoico).<sup>61,62</sup>

Los espectros de masas (EI, 70 eV) de los derivados tipo éster etílico (metílico) de N(O,S)-etoxi(metoxi)carbonil aminoácidos han sido publicados recientemente.<sup>61,62</sup>

### Separaciones enantioméricas.

La primera resolución reproducible de una mezcla racémica de aminoácidos por cromatografía de gases fue llevada a cabo por Gil-Av y col.<sup>63</sup> en 1966. Para ello utilizó una columna capilar de vidrio recubierta con una fase estacionaria ópticamente activa que contenía ésteres alquílicos de cadena larga de N-TFA-*L*-isoleucina. Los mismos autores introdujeron posteriormente las fases tipo dipéptido y tipo diamida,<sup>64</sup> que presentan una función amida adicional que mejora las separaciones. Durante los años siguientes se varió de manera sistemática tanto la estructura de las fases estacionarias de este tipo como la estrategia de preparación de los derivados de los aminoácidos a resolver, para intentar aumentar



las interacciones entre la fase y el sustrato.<sup>65</sup> Todas estas fases desarrolladas, de bajo peso molecular, presentaban en común temperaturas de utilización bajas y una vida útil no muy prolongada. El anclaje de un grupo diamida quiral a través del resto amino libre a los grupos carboxilo de un polisiloxano<sup>66</sup> aporta a estas fases estabilidad térmica. Este último tipo de fases son muy utilizadas actualmente ("*Chirasil-Val*", etc.). En columnas de este tipo se separaron en una sola elución los aminoácidos proteicos de la serie *L* y sus isómeros de la serie *D* como derivados ésteres isopropílicos N(O,S)-pentafluoropropil mencionados anteriormente.<sup>65,67</sup> Estos autores proponen la utilización de los aminoácidos de la serie *D* como patrones internos para la cuantificación de los aminoácidos biogénicos (serie *L*) ya que presentan las mismas propiedades y se ven afectados por igual en la manipulación previa de la muestra (aislamiento, preparación de derivados, etc.) y por el sistema cromatográfico (dilución de la muestra, inyección, división de flujo y detección). Este método se conoce como "marcaje enantiomérico".<sup>68</sup> Los ésteres alquílicos de los TFA derivados conducen a buenos resultados sobre este tipo de columnas.<sup>11</sup>

Recientemente, se ha introducido el uso de ciclodextrinas (CD) en las distintas técnicas cromatográficas (TLC, GSC/GLC, HPLC, cromatografía por afinidad, por inclusión, electrocinética).<sup>69</sup> En cromatografía de gases la naturaleza hidrofílica de las ciclodextrinas constituye un problema importante de cara a su utilización con fase estacionarias. Este inconveniente se puede obviar mediante el uso de ciclodextrinas sustituidas.<sup>70</sup>

Los derivados tipo éster metílico-TFA de pares enantioméricos de aminoácidos se han separado sobre una columna de 50 m de 3-butil-2,6-dipentil- $\gamma$ -CD.<sup>71</sup> Los ésteres isopropílicos de numerosos TFA aminoácidos proteicos han permitido la separación de sus isómeros *D* y *L* mediante columnas capilares de la serie *ChiralDex*.<sup>72</sup> Por último se han obtenido buenos resultados con los derivados tipo éster metílico N(O,S)-metoxicarbonil de algunos aminoácidos no proteicos utilizando columnas capilares de  $\beta$ -ciclodextrina permetilada preparadas en el laboratorio.<sup>61</sup>

## Bibliografía

1. S. Moore, D.H. Spackman y W.H. Stein, *Anal. Chem.*, 30 (1958) 1185.
2. R.M. Kamp, *LC-GC Int.*, 4 (1991) 40.
3. C.W. Gehrke, K.C. Kuo, F.E. Kaiser y R.W. Zumwalt, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 70 (1987) 160.
4. D.R. Knapp, *Handbook of Analytical Derivatization Reactions*, Wiley-Interscience, 1979, pp. 249-290.
5. P. Husek y K. Macek, *J. Chromatogr.*, 113 (1975) 139.
6. R.F. Adams, *J. Chromatogr.*, 95 (1974) 189.
7. C. Zomzely, G. Marco y E. Emery, *J. Chromatogr.*, 34 (1962) 1414.
8. A. Islam y A. Darbre, *J. Chromatogr.*, 43 (1969) 11.
9. J.F. March, *Anal. Biochem.*, 69 (1975) 420.
10. Jönsson, J. Eyem y J. Sjöquist, *Anal. Biochem.*, 51 (1973) 204.
11. H. Frank, G.J. Nicholson y E. Bayer, *J. Chromatogr. Sci.*, 15 (1977) 174.
12. S.L. MacKenzie, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 70 (1987) 151.
13. P. Felker y R.S. Bandurski, *Anal. Biochem.*, 67 (1975) 245.
14. J.P. Zanetta y G. Vincendon, *J. Chromatogr.*, 76 (1975) 91.
15. R.J. Pearce, *J. Chromatogr.*, 136 (1977) 113.
16. S.L. MacKenzie y D. Tenaschuk, *J. Chromatogr.*, 171 (1979) 195.
17. H. Hediger, R.L. Stevens, H. Branderberger y K. Schmid, *Biochem. J.*, 133 (1973) 551.
18. C.W. Gehrke, K. Kuo y R.W. Zumwalt, *J. Chromatogr.*, 57 (1971) 209.
19. S.L. MacKenzie y D. Tenaschuk, *J. Chromatogr.*, 173 (1979) 53.
20. S.L. MacKenzie y D. Tenaschuk, *J. Chromatogr.*, 171 (1979) 195.
21. M.A. Kirkman, *J. Chromatogr.*, 97 (1974) 175.
22. J.R. Coulter y C.S. Hann, *J. Chromatogr.*, 36 (1968) 42.
23. G. Gomerith, *J. Chromatogr.*, 268 (1983) 403.
24. G.E. Pollock, *Anal. Chem.*, 59 (1967) 1194.
25. R.W. Zumwalt, J. Desgres, K.C. Kuo, J.E. Pautz y C.W. Gehrke, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 70 (1987) 253.
26. J. Chauhan y A. Darbre, *J. Chromatogr.*, 236 (1982) 151.
27. W. Büser y H.F. Erbersdobler, *Z. Lebensm. Unters. Forsch.*, 186 (1988) 509.
28. W. Vetter en *Biochemical Applications of Mass Spectrometry, Suppl. Vol.*, G.R. Waller y O.C. Dermer (Eds.), Wiley, 1980, pp. 439-461.
29. E. Gelpí, W.A. Koenig, J. Gilbert y J. Oro, *J. Chromatogr. Sci.*, 7 (1969) 604.
30. K.R. Leimer, H.R. Rice y C.W. Gehrke, *J. Chromatogr.*, 141 (1977) 121.
31. S.L. MacKenzie y L.R. Hogge, *J. Chromatogr.*, 132 (1977) 485.
32. E. Gajewski, M. Dizdaroglu y M.G. Simic, *J. Chromatogr.*, 249 (1982) 41.
33. C.W. Gehrke, H. Nakamoto y R.W. Zumwalt, *J. Chromatogr.*, 45 (1969) 24.
34. C.W. Gehrke y K. Leimer, *J. Chromatogr.*, 57 (1971) 219.
35. K. Bergström, J. Gürtler y R. Blomstand, *Anal. Biochem.*, 34 (1970) 74.
36. C.F. Poole y A. Zlatkis, *J. Chromatogr. Sci.*, 17 (1979) 115.
37. K.R. Leimer, H.R. Rice y C.W. Gehrke, *J. Chromatogr.*, 141 (1977) 355.
38. J.P. Hardy y S.L. Kerrin, *Anal. Chem.*, 44 (1972) 1497.
39. T.P. Mawhinney y M.A. Madson, *J. Org. Chem.*, 47 (1982) 3336.
40. C.J. Biermann, C.N. Kinoshita, J.A. Morlett y R.D. Steele, *J. Chromatogr.*, 357 (1986) 330.
41. T.P. Mawhinney, R.S. Robin, A. Atalaya y M.A. Madson, *J. Chromatogr.*, 358 (1986) 231.
42. S.L. MacKenzie, D. Tenaschuk y G. Fortier, *J. Chromatogr.*, 387 (1987) 241.
43. R.J. Early, J.P. Thomson, G.W. Sedgwick, J.M. Kelly y R.J. Christopherson, *J. Chromatogr.*, 416 (1987) 15.
44. H.J. Chaves das Neves y A.M.P. Vasconcelos, *J. Chromatogr.*, 392 (1987) 249.
45. W.F. Schwenk, P.J. Berg, B. Beaufriere, J.M. Miles y M.W. Haymond, *Anal. Biochem.*, 141 (1984) 101.
46. G. Fortier, D. Tenaschuk y S.L. MacKenzie, *J. Chromatogr.*, 361 (1986) 253.
47. P. Husek, *J. Chromatogr.*, 91 (1974) 475.
48. P. Husek, *J. Chromatogr.*, 91 (1974) 483.
49. P. Husek, *J. Chromatogr.*, 234 (1982) 381.
50. P. Husek, *J. Chromatogr.*, 152 (1978) 546.
51. P. Husek, *J. Chromatogr.*, 172 (1979) 468.
52. P. Husek, V. Felt y M. Matucha, *J. Chromatogr.*, 252 (1982) 217.
53. P. Husek, *LC-GC Int.*, 5 (1992) 43.
54. M. Makita, S. Yamamoto y M. Kono, *J. Chromatogr.*, 120 (1976) 129.
55. M. Makita, S. Yamamoto y S. Kiyama, *J. Chromatogr.*, 237 (1982) 279.
56. K.R. Kim, J.H. Kim, C.H. Oh y T.J. Mabry, *J. Chromatogr.*, 605 (1992) 241.
57. P. Husek, J.A. Rijks, P.A. Leclercq y C.A. Cramers, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 13 (1990) 633.



58. P. Husek, *J. Chromatogr.*, 551 (1991) 289.
59. P. Husek, *FEBS Lett.*, 280 (1991) 354.
60. P. Husek y C.C. Sweeley, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 14 (1991) 751.
61. J.A. Gangoiti, *Estudio por cromatografía de gases y espectrometría de masas de los ésteres etílicos (metílicos) de N(O,S)-etoxi(metoxi)carbonil aminoácidos*. Tesis de Licenciatura. Facultad de Ciencias, Universidad Autónoma de Madrid. Madrid, 1993.
62. Z.-H. Huang, J. Wang, D.A. Gage, J.T. Watson, C.C. Sweeley y P. Husek, *J. Chromatogr.*, 635 (1993) 271.
63. E. Gil-Av, B. Feibush y R. Charles-Sigler, *Tetrahedron Lett.*, (1966) 1009. Citado en E. Gil-Av, D. Nurok, *Adv. Chromatogr.*, 10 (1974) 99.
64. E. Gil-Av, B. Feibush y R. Charles-Sigler, *US Pat. núm.* 3494105. Citado en E. Gil-Av, D. Nurok, *Adv. Chromatogr.*, 10 (1974) 99.
65. W. Schurig, *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 23 (1984) 747.
66. H. Frank, G.J. Nicholson y E. Bayer, *J. Chromatogr. Sci.*, 15 (1977) 174.
67. H. Frank, G.J. Nicholson y E. Bayer, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 2 (1979) 411.
68. H. Frank, G.J. Nicholson y E. Bayer, *J. Chromatogr.*, 167 (1978) 187.
69. W. Schurig y H.-P. Nowotny, *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 29 (1990) 939.
70. I. Martínez Castro, J.A. Gangoiti, M.I. Jiménez y J. Sanz, *Cromatografía y Técnicas Afines*, 14 (1993) 10.
71. W.A. König, R. Krebbe, P. Mischnik, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 12 (1989) 732.
72. Catálogo GC '91, Machery-Nagel GmbH & Co KG. Düren (RFA), 1991. p. A-57.

\* \* \*



# ¿Todavía analiza iones por métodos tradicionales?

## Dé un paso de gigante de la mano de Waters.

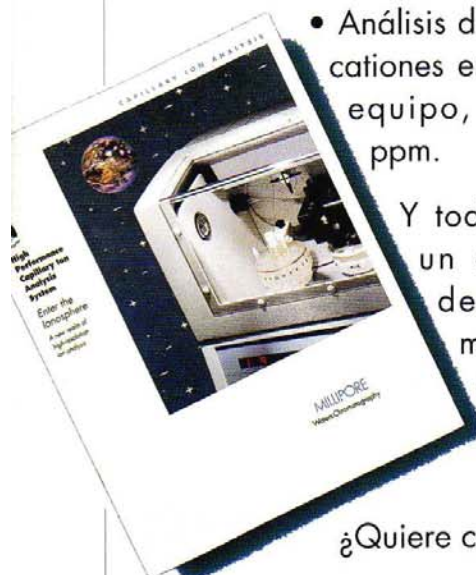
**D**eje que le mostremos el nuevo Capillary Ion Analyzer, el equipo y métodos de electroforesis capilar patentados por Millipore, y descubra posibilidades insospechadas hasta ahora:

- Análisis simultáneo de aniones inorgánicos y orgánicos, en menos de 5 minutos.

- Análisis de aniones y cationes en un mismo equipo, de ppb a ppm.

Y todo ello con un coste más de 10 veces menor que el de cualquier técnica instrumental alternativa.

¿Quiere comprobarlo? Llámenos.



Estamos a su servicio en:

Av. Llano Castellano, 13-3º  
E-28034 Madrid  
Tel. 91-729 03 00  
Télex 23545 milli e  
Fax 91-729 29 09

Entenza, 24, bajos  
E-08015 Barcelona  
Tel. 93-325 96 16  
Télex 50524 wtrs e  
Fax 93-325 98 96

Edif. Congreso - Módulo 320  
Polígono del Aeropuerto  
E-41020 Sevilla  
Tel. 95-425 68 77  
Fax 95-425 62 06



© 1993 Millipore Corporation, Estados Unidos

## Tenemos el mejor equipo y lo podemos demostrar.



**MILLIPORE**  
Waters Chromatography

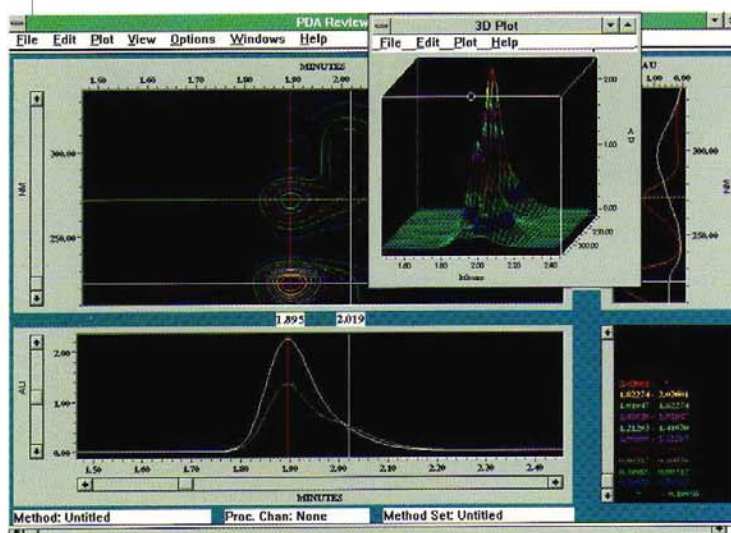


# Antes de que usted experimente la potencia del nuevo detector PDA Waters, permítanos sólo tres palabras:



## FASTEN SEAT BELT

**D**espegue hacia el nuevo mundo con el detector cromatográfico PDA (Photo-Diode Array) Waters 996. Operado por usted desde los mandos de la estación Millennium 2010 Chromatography Manager, el 996 le hará conocer niveles insospechados de resolución, sensibilidad, acceso a la información y fiabilidad.



El nuevo 996 le permite ver sus cromatogramas desde todos los puntos de vista.

Sítue hoy su laboratorio a años luz de los demás. Llámenos.

### Estamos a su servicio en:

Av. Ilano Castellano, 13-3 <sup>º</sup> E-28034 Madrid Tel. 91-729 03 00 Télex 23545 milli e Fax 91-729 29 09	Entenza, 24, bajos E-08015 Barcelona Tel. 93-325 96 16 Télex 50524 wtrs e Fax 93-325 98 96	Edif. Congreso - Mód. 320 Polígono del Aeropuerto E-41020 Sevilla Tel. 95-425 68 77 Fax 95-425 62 06
---	--	--

Tenemos el mejor equipo y lo podemos demostrar.



**MILLIPORE**  
Waters Chromatography



# Micro-LC: Estado actual de la técnica

Jordi Traveset, Vicenç Such

Teknokroma S.C.C.L., Sant Cugat del Vallés (Barcelona)

Emilio Gelpí

Unidad de Patología Molecular, Centro de Investigación y Desarrollo (C.S.I.C.) Barcelona

El progreso tecnológico en diversos campos de la ciencia ha conducido a un creciente interés por la miniaturización de componentes eléctricos, ópticos, mecánicos, etc. El campo de la cromatografía no ha quedado al margen de estas tendencias y hoy en día nadie duda sobre las evidentes ventajas de las columnas capilares en cromatografía de gases. Sin embargo, aún recientemente la utilización de columnas similares en cromatografía de líquidos ha sido bautizada por Milos Novotny de la Universidad de Indiana, como "la tierra de las promesas incumplidas".

Desde hace más de 20 años se viene afirmando que las técnicas de micro LC presentan claras ventajas sobre la cromatografía líquida convencional en columnas de 4,6 mm de d.i. sin que, a pesar de ello, su uso se haya popularizado significativamente en la práctica diaria. No obstante, y quizás de forma análoga a lo que ocurrió con el desarrollo y total aceptación de las columnas capilares en cromatografía de gases, que requirió un periodo de más de 25 años, es probable que podamos contemplar el haber entrado ya en un periodo de franca consolidación de las técnicas de micro-LC, lo cual es especialmente cierto en lo referente a las columnas de diámetro interno entre 0,32 y 2,0 mm.

## CLASIFICACIÓN DE LAS COLUMNAS PARA MICRO-LC

Las columnas para Micro-LC pueden clasificarse según tres tipos principales (1-3):

- a) Columnas capilares rellenas ("slurry packed").
- b) Columnas capilares parcialmente rellenas.
- c) Columnas capilares abiertas.

### a) Columnas capilares rellenas

Estas columnas son análogas a las columnas convencionales excepto por su menor diámetro interno, que es de 0,1 a 2,0 mm. En esta categoría se incluyen las denominadas columnas "Microbore", de diámetros comprendidos entre 1 y 2 mm. y las columnas "Micro-LC" de 0,1 a 0,5 mm. de d.i. construidas con tubo capilar de sílice fundida.

### b) Columnas capilares parcialmente rellenas

Estas columnas de vidrio, de diámetro interno entre 25 y 100  $\mu\text{m}$ , se caracterizan porque en su preparación se parte de un tubo de vidrio de mayor diámetro

que se rellena de las partículas de la fase estacionaria (5-30  $\mu\text{m}$ ) y posteriormente se calienta y estira hasta conseguir el diámetro interno y longitud deseados (10). En esta operación, debido al estado de fusión a que debe llevarse el tubo de vidrio para conseguir el estiramiento, las partículas de relleno quedan parcialmente incrustadas en la pared interna del tubo capilar de vidrio. Este tipo de columnas, llamado también SPOT-LC (SemiPacked Open Tubular) (2) son en teoría muy atractivas, ya que deben combinar las ventajas de las Micro-LC con las de las columnas capilares abiertas. Sin embargo su aplicación práctica ha encontrado múltiples limitaciones, puesto que debido a su peculiar método de preparación, son muy pocos los materiales de relleno que pueden emplearse (3).

### c) Columnas capilares abiertas

Este tipo de columna, denominado también WCOT-LC (Wall Coated Open Tubular) (2) es el equivalente más directo a las columnas capilares para cromatografía de gases. Se prepara depositando en la superficie interna de un capilar de 3 a 50  $\mu\text{m}$  de d.i., una película de fase estacionaria en forma líquida, la cual queda retenida sobre la pared interna del tubo capilar en función de su viscosidad y tensión superficial, o bien se fija químicamente mediante las reacciones apropiadas.

Alternativamente y para promover una mayor superficie de interacción, se recubre previamente la pared interna de una fina capa de micropartículas sólidas, sobre las cuales se deposita posteriormente la fase estacionaria (columnas PLOT-LC).

De los tipos citados de microcolumnas para cromatografía líquida, los dos primeros, Microbore y Micro-LC, son los que presentan mayores posibilidades de utilización en la práctica diaria. En el caso de las columnas tubulares abiertas su empleo está limitado por el factor de  $10^5$  existente entre el volumen de estas columnas y el de las columnas convencionales, lo cual se traduce en la necesidad de una instrumentación extremadamente miniaturizada, no desarrollada comercialmente y de difícil utilización y mantenimiento. En este sentido, a fin de evitar una importante pérdida de eficacia debida al ensanchamiento extracolumna de la banda cromatográfica, la contribución del volumen de inyección y detección debe situarse en el rango de nanolitros o inferior (3), habiéndose descrito



que una columna capilar de 3,5  $\mu\text{m}$  de diámetro interno y de 130 cm. de longitud, capaz de generar  $10^6$  platos teóricos, requiere un volumen de la célula del detector inferior a los 6 picolitros.

Por todo ello, en la discusión siguiente nos centraremos en las columnas de 0,32 mm (Micro-LC) a 1,0 mm (Microbore) de diámetro interno.

## COLUMNAS "MICROBORE"

Del análisis de la Tabla I se desprende que la característica más evidente de las columnas "microbore" es la drástica reducción del volumen de la columna, el cual se traduce en un consumo extraordinariamente reducido de fase móvil (30-200  $\mu\text{l}/\text{min}$ ) para velocidades lineales equivalentes.

TABLA I

d.i. (mm.)	VOL ( $\mu\text{l}$ ) Col. de 25 cm.	FLUJO (ml/min)	CONSUMO FASE MÓVIL (ml)	VOLUMEN FASE MÓVIL POR AÑO (L)
0,5	49	0,012	0,168	1,4
1,0	200	0,050	0,7	5,8
2,0	785	0,196	2,75	22,76
4,6	4.152	1,038	14,53	120,4

Este importante ahorro de fase móvil facilitará el uso de eluyentes especiales de elevado coste, además de simplificar la eliminación de los disolventes utilizados, significando en cualquier caso un menor coste económico.

Por lo demás, a igual longitud de columna, diámetro de partícula, densidad de empaquetamiento y fase móvil empleada, el tiempo de análisis, la caída de presión, eficacia y sensibilidad de detección serán equivalentes (4).

En la práctica, el flujo más reducido de fase móvil en las columnas "microbore", redundará en la elución de los picos en un volumen de fase mucho menor con lo que se magnifican los problemas derivados del ensanchamiento de los picos por efecto de los volúmenes muertos en el inyector, líneas de conducción, célula de detección, etc. No obstante, de acuerdo con los datos de la Tabla II, por encima de valores de  $k'=5$ , estas columnas pueden utilizarse con equipos convencionales de HPLC, ya que la contribución del volumen del detector a la anchura del pico será en estos casos inferior al 10%.

Las ventajas derivadas de un menor volumen de fase móvil para cada pico cromatográfico son importantes en los detectores sensibles a la concentración (UV, IR, fluorimétrico, electroquímico) ya que como es sabido, para la misma masa de soluto inyectado en dos columnas de igual longitud pero de diferente diámetro interno, la sensibilidad será inversamente proporcional a la relación de volúmenes de la columna.

TABLA II

Efecto del volumen de la célula del detector sobre la anchura del pico, en función del  $K'$  (4).

	ANCHURA DE PICO $\sigma$ ( $\mu\text{l}$ )	% DE CONTRIBUCIÓN AL VALOR DE $\sigma$		
		VOLUMEN DEL DETECTOR, $\mu\text{l}$		
$K'$		0,5	2,5	8,0
1	2,81	0,27%	6,93%	67,99%
2	4,21	0,13%	3,16%	30,38%
5	8,43	0,05%	1,25%	7,67%
10	15,45	0,03%	0,60%	2,32%

Columna Microbore: 25 cm x 1 mm id, partícula 10  $\mu\text{m}$ ,  $N+12.500$ ,  $V_0=157 \mu\text{l}$ .

Por lo tanto y de acuerdo con los cálculos correspondientes, la sensibilidad de una columna de 1 mm de d.i. deberá ser 20 veces superior a la de una de 4,6 mm i.d. debido al incremento de concentración de los picos en el menor volumen de elución. Sin embargo debido a su mayor capacidad, las columnas convencionales admiten mayores cargas de muestra lo cual compensa en muchos casos su menor sensibilidad absoluta. Por ello sólo en casos de cantidades de muestra limitadas estará justificada la utilización de columnas "microbore" para conseguir mayor sensibilidad.

## COLUMNAS "MICRO-LC"

Este tipo de columnas son las que presentan mayores ventajas de cara a la miniaturización de sistemas para cromatografía líquida. Algunas de dichas ventajas se han resumido en los siguientes puntos (2,5):

1. Mayor permeabilidad y eficacia.
2. Flujo óptimo menor.
3. Mayor sensibilidad.
4. Ahorro de disolventes y menor tiempo de análisis.
5. Mayores posibilidades de acoplamiento a otras técnicas.

### 1. Mayor permeabilidad y eficacia

Si se compara la permeabilidad de las columnas de sílice fundida determinando la contrapresión en condiciones comparables se obtienen los datos de la tabla III (6):

Tal como indican estos datos la columna de menor d.i. presenta menor contrapresión y por lo tanto es más permeable a la fase móvil. Por lo tanto, para una misma contrapresión las microcolumnas pueden ser más largas a igual tamaño de partícula o bien pueden rellenarse con partículas de menor tamaño. La consecuencia práctica de mayor interés es que puede conseguirse una mayor eficacia, en términos de número de platos, en un tiempo mucho menor. Por



**TABLA III**

Tamaño de partícula del relleno	Contrapresión (bares)		Relación A/B
	A	B	
	250 x 4,6 mm	250 x 0,32 mm	
10 µm	23	13	1,77
5 µm	49	26	1,88
2 µm	437	228	1,91
1 µm	1.190	602	1,97

Fase móvil ACN/H<sub>2</sub>O, 90:10 (v/v) a 0,826 ml/min (col de 4,6 mm), 4 µl/min (col de 0,32 mm), velocidad lineal en ambos casos: 1,728 mm/seg.

ejemplo, una columna capilar de sílice fundida de 190 x 0,32 mm d.i. rellena con micropartículas de 2 µm genera unos 250.000 platos/m a un flujo de 4 µl/min y con 160 bar de presión. Evidentemente, la presión para una columna con el mismo relleno pero de diámetro convencional sería muy superior a la tolerable por la instrumentación utilizada (5). Por otro lado la mejor permeabilidad de las columnas de Micro-LC implica la posibilidad real de conectarlas en serie para conseguir mayores eficacias, estando disponibles ya en el mercado, columnas de un metro de longitud con rellenos de 5 µm que ofrecen eficacias de 100.000 N/columna, valores absolutamente inalcanzables con las columnas de diámetro convencional.

**2. Flujo óptimo menor**

Esta característica implica que el valor mínimo de las curvas de Van Deemter se sitúa para las microcolumnas a una velocidad de flujo lineal dos o tres veces inferior a la de las columnas convencionales. Por ello y de cara a conseguir la máxima eficacia, en caso necesario las columnas de Micro-LC, al poder utilizarse a flujos muy bajos, pueden ser de mayor longitud o contener partículas de menor tamaño sin que ello comporte problemas de sobrepresión.

Por otro lado, las columnas para Micro-LC pueden utilizarse por encima de su flujo óptimo sin que la pérdida de eficacia sea tan acusada como en el caso de las columnas de diámetro convencional, con lo que se consigue acelerar también el tiempo de análisis.

Uno de los problemas prácticos de mayor importancia en el uso rutinario de las columnas Micro-LC reside en la falta de instrumentación capaz de suministrar los pequeños caudales propios de esta técnica de una manera reproducible y constante. El sistema de bombeo más conocido para microflujos es el de las bombas de desplazamiento por pistón, las cuales suministran caudales de incluso 0,02 µl prácticamente libres de pulsaciones (8). Otra posibilidad es la de utilizar las técnicas de división de flujo, lo cual presenta la ventaja de poder emplear las bombas de un equipo convencional de HPLC, a las que se acoplan unos accesorios de división de flujo perfectamente estudiados que dan lugar a microflujos reproducibles incluso cuando se trabaja con gradientes (9). Actual-

mente se encuentran disponibles en el mercado una gama de accesorios cuidadosamente optimados los cuales permiten convertir cualquier cromatógrafo convencional en un sistema capaz de trabajar con columnas de Micro-LC .

**3. Mayor sensibilidad**

De acuerdo con las consideraciones ya expuestas al hablar de las columnas "microbore" la reducción del diámetro interno de 4,6 mm a 1 mm se traduce en un aumento del nivel de detectabilidad de unas 20 veces mientras que la reducción a 0,32 mm comporta un incremento de dicho nivel de unas 200 veces debido al hecho de que el pico inyectado se diluye aproximadamente unas 200 veces menos en la columna capilar. Sin embargo para evitar cualquier pérdida de eficacia de la columna debido al ensanchamiento extracolumna de los picos cromatográficos, el volumen máximo de inyección en estas condiciones debería ser 200 veces inferior con lo que el aumento de la concentración del pico quedaría contrarrestado en la práctica por el menor volumen de inyección. Además, teniendo en cuenta que debido a fenómenos ópticos de refracción/reflexión, la relación entre la señal/ruido (S/N) de un sistema convencional y la de un sistema micro es de aproximadamente 1/4 (Tabla IV), la sensibilidad de un sistema Micro será aproximadamente cuatro veces menor que la de un sistema convencional.

Afortunadamente existen alternativas que permiten mejorar estas prestaciones espectacularmente.

Una de ellas es la que permite inyectar grandes volúmenes en una columna de Micro-LC sin pérdida de eficacia y que es conocida como "enfoco en columna" (7). Consiste esta técnica en la inyección de la muestra disuelta en un disolvente de fuerza de elución menor que la de la fase móvil, con lo que el soluto se concentra en cabeza de columna por un efecto de compresión, minimizándose así su dispersión por el lecho cromatográfico (4). Con esta técnica (Tabla IV) se consiguen aumentos de sensibilidad del orden de 50 veces la de un sistema convencional, con lo que la técnica de la Micro-LC ya resulta intere-

**TABLA IV**  
Comparación de la sensibilidad entre sistemas convencionales y de Micro-LC.

	HPLC CONVENCIONAL 4,6 mm d.i.	MICRO-LC 0,32 mm d.i.	
	es=efm	es=efm	es<efm
Factor de dilución (concentración del pico)	1*	200	200
Volumen de inyección	1*	1/200	1
Sensibilidad UV	1*	1/4	1/4
Relación Micro-LC/Convencional	1	0,25	50

\* Valor normalizado a 1.

e: Fuerza de elución, s del soluto y fm de la fase móvil.



sante cuando lo que se requiere es una elevada sensibilidad debido a la extremada dilución de la muestra.

La otra alternativa es la de las microcélulas especiales, de las cuales existen varias en el mercado, compatibles con la mayoría de los detectores UV-VIS, las cuales, gracias a su especial diseño en Z aumentan el camino óptico, incrementándose espectacularmente la sensibilidad de detección en comparación con la detección on-column.

#### **4. Ahorro de disolventes y menor tiempo de análisis.**

El ahorro de disolventes, que tal como se indica en la Tabla I puede llegar a ser considerable en función de la reducción del diámetro de la columna, se ha citado como una de las ventajas más atrayentes del uso de microcolumnas. Dado que el flujo volumétrico necesario para conseguir una determinada velocidad de elución es proporcional a la sección transversal del tubo, la cantidad de fase móvil se reduce en un factor proporcional al cuadrado del radio de la columna (1). Por ejemplo, el flujo óptimo a través de una columna de 0,32 mm es de unos 3-4  $\mu\text{l}/\text{min}$ , por lo que la Micro-LC ha sido designada como la cromatografía de "una sola gota". En 10-30 minutos, lo que llega a recogerse a la salida de la columna es una sola gota de eluyente que contiene todos los picos del cromatograma (2).

Por otra parte la mayor permeabilidad de las columnas de Micro-LC, tal como ya se ha indicado en la Tabla III redundan en un menor tiempo de análisis. A la misma velocidad lineal (cm/seg) de la fase móvil la eficacia y tiempo de análisis serán equivalentes a los valores obtenidos en columnas de diámetro convencional por lo que aumentando la presión a niveles equivalentes a los de las columnas convencionales (de 0,46 mm d.i.) se conseguirá la misma separación en mucho menor tiempo.

#### **5. Mayores posibilidades de acoplamiento a otras técnicas.**

La posibilidad de trabajar a flujos reducidos hace de la Micro-LC una técnica ideal para su acoplamiento directo a técnicas de espectrometría de masas en la modalidad de ionización por FAB, electrospray o ionspray, las cuales pueden aceptar flujos de 1-5  $\mu\text{l}/\text{min}$  hasta 200  $\mu\text{l}/\text{min}$ , perfectamente compatibles con el tipo de columnas descritas (10).

### **APLICACIONES**

Como ya se ha señalado anteriormente, el mayor desarrollo dentro de la Micro-LC se ha alcanzado con las columnas del tipo "slurry packed" de 1-2 mm de diámetro interno también llamadas "Microbore". Así, este tipo de columna se encuentra ampliamente comercializada y sus requerimientos instrumentales

son cubiertos prácticamente por todos los equipos actuales de HPLC, por lo que puede considerarse como una técnica de rutina ya plenamente asumida por la comunidad científica.

Entrando ya en lo que propiamente puede denominarse Cromatografía Líquida Capilar, las columnas capilares rellenas, construidas en silice fundida y de 0,1 a 0,5 mm de d.i., han alcanzado ya un nivel de desarrollo plenamente comercial, siendo posible disponer en la actualidad de este tipo de columnas con una amplia diversidad de rellenos y configuraciones. También están disponibles a nivel comercial equipos cromatográficos con especificaciones plenamente adecuadas para trabajar en las exigentes condiciones de microflujos requeridas por este tipo de columnas. Asimismo y tal como ya se ha citado anteriormente, a la cada vez más importante implantación de la cromatografía líquida capilar ha contribuido muy significativamente la aparición en el mercado de una serie de accesorios que permiten convertir de una manera relativamente económica, cualquier equipo convencional de HPLC en un equipo capaz de trabajar con los microcaudales propios de la Micro-LC.

Una somera revisión de la bibliografía nos muestra como la Micro-LC ha encontrado múltiples campos de aplicación. Así, esta técnica se ha utilizado por su elevada sensibilidad, en la determinación de fármacos (11), análisis de nucleobases, nucleósidos y nucleótidos (12), alcoholes (13), aminoácidos, péptidos y proteínas (14, 21), hidrocarburos en derivados del petróleo (15), herbicidas en el análisis medioambiental (16), extractos vegetales como la Rauwolfia (17), aniones y cationes (10), catecolaminas a nivel celular (19), agentes cancerígenos en muestras de orina (22), antibióticos (29) en la combinación de técnicas como LC-MS (11, 16, 20, 24-29). Otra técnica para la cual la Micro-LC puede ser de gran utilidad, dados los pequeños volúmenes de muestra necesarios, es el de la monitorización en tiempo real de los microdializados *in-vivo*.

De todo lo expuesto podemos concluir que la microcromatografía líquida, sin llegar a ser una técnica que haya alcanzado la madurez, está ya en un estadio de desarrollo suficientemente avanzado para que pueda ser de gran utilidad en numerosos laboratorios analíticos gracias a sus evidentes ventajas sobre la HPLC convencional.



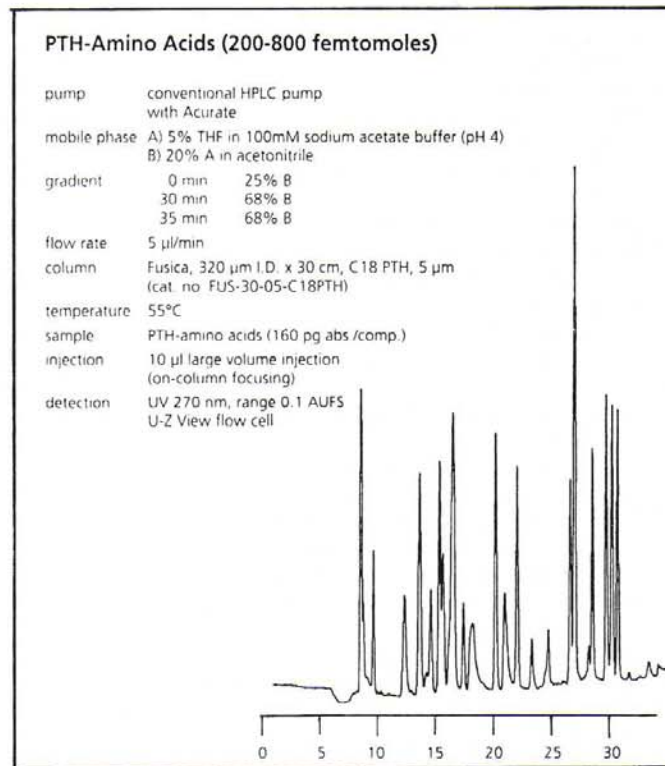
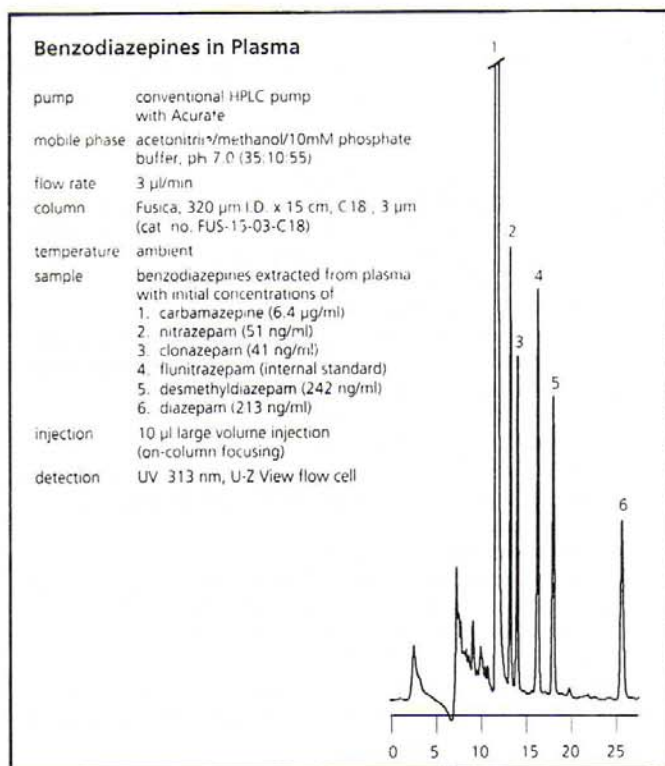
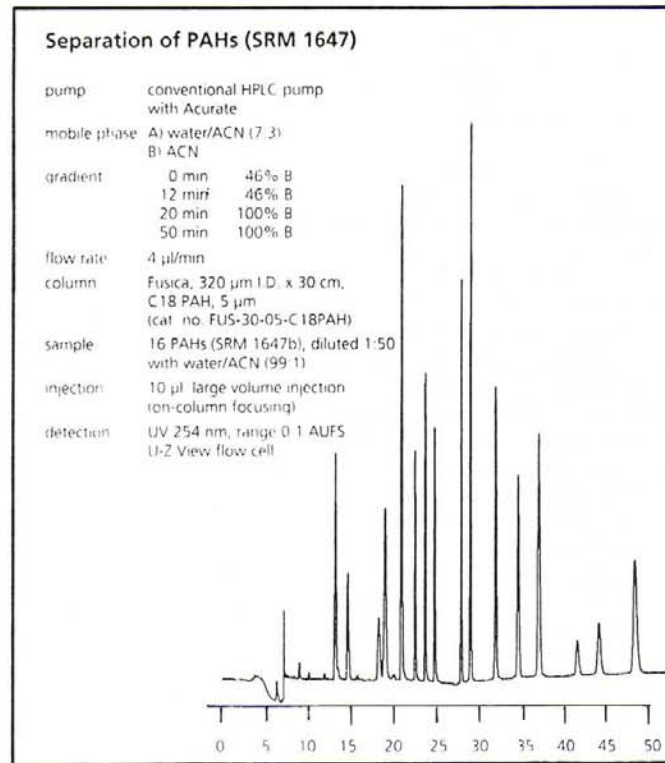
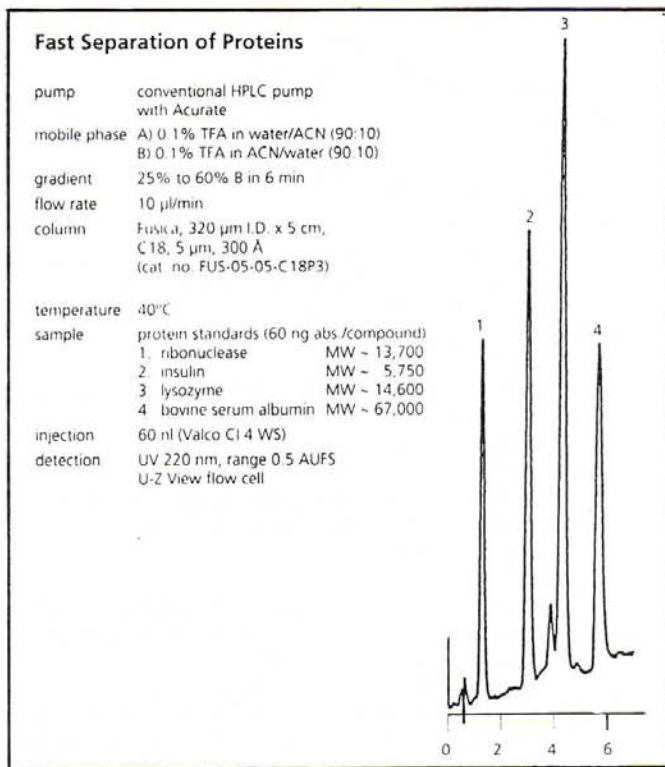


Fig. 1.-Algunos ejemplos de separaciones utilizando columnas Micro-LC (cortesía de LC-Packings).



## Bibliografía

1. Advantages of miniaturized liquid chromatographic columns.  
K. Jinno, C. Fujimoto.  
LC-GC International., Vol. 2, Núm. 5 (1989) 30-37.
2. Liquid Chromatography in Packed Fused Silica Capillaries or Micro-LC: A Repeat of the Capillary Gas Chromatography Story?  
M. Verzele, C. Dewaele.  
HRC&CC, 10 (1987) 280-287.
3. Recent advances in Microcolumn Liquid Chromatography.  
M. Novotny.  
Anal. Chem, 60 (1988) 500A-510A.
4. Microbore HPLC Column Performance and Temperature Programming Capabilities.  
H. McNair, J. Bowermaster.  
HRC&CC 10 (1987) 27-31.
5. Micro-LC: What Are Its Chances?  
M. Verzele, C. Dewaele, M. De Weerd.  
LC-GC International., Vol. 2, Núm. 1 (1989) 10-17.
6. Microcolumn LC: Is It Worth It?  
M. Verzele, M. De Weerd, C. Dewaele, G.J. De Jong, N. Lammers, F. Spruit.  
LC-GC International., Vol. 4, Núm. 12 (1991) 1163-1177.
7. Recent Advances in Capillary Liquid Chromatography. Enhanced Detectability in Bioanalysis.  
J.P. Chervet, R.E.J. van Soest, J.P. Salzmänn.  
LC-GC International., Vol. 5, Núm. 7 (1992) 33-38.
8. Gradient Microbore Liquid Biochromatography.  
K. Potter, J. Tehrani.  
LC-GC International., Vol. 3, Núm. 12 (1990) 39-43.
9. Recent Advances in Capillary Liquid Chromatography. Delivery of Highly Reproducible Microflows.  
J.P. Chervet, C.J. Meijvogel, M. Ursem, J.P. Salzmänn.  
LC-GC International, Vol. 4, Núm. 11 (1991) 32-40.
10. Tsuda, T; Novotny, M.  
Anal. Chem. 50 (1978) 632-634.
11. Application of Narrow-bore High-performance Liquid Chromatography to the Analysis of Drugs.  
R. Gill  
Anal. Proc. 21 (19) 436-440.
12. Microbore Packed-column Anion-exchange Liquid Chromatography of Nucleobases, Nucleosides and Nucleotides.  
S. Rokushika, Z. Y. Qiu, H. Hatano.  
J. Chromatogr. 320 (1985) 342.
13. Indirect Photometric Detection of Alcohols in Micro High-Performance Liquid Chromatography.  
T. Takeuchi, D. Ishii.  
J. Chromatogr. 393 (1987) 419-425.
14. Capillary Liquid Chromatography.  
B.J. Belen'kii, E.S. Gankina, V.G. Mal'tsev.  
(1987) Consultants Bureau, New York.
15. High-Performance Microcolumn Liquid Chromatography of Hydrocarbons with Indirect Photometric Detection.  
T. Takeuchi, D. Ishii.  
HRC&CC 10 (1987) 571-573.
16. Application of microcolumn liquid-chromatography-continuous-flow- fast atom bombardment mass spectrometry in environmental studies of sulfonyleurea herbicides.  
R.W. Reiser, A.C. Barefoot, R.F. Dietrich, A.J. Fogiel, W.R. Johnson, M.T. Scott.  
J. Chromatogr. 554 (1991) 91-101.
17. Separation of taxol from related taxanes in *Taxus brevifolia* extracts by isocratic elution reversed-phase microcolumn high-performance liquid chromatography.  
S.D. Harvey, J.A. Campbell, R.J. Kesley, N.C. Vance.  
J. Chromatogr. 587 (1991) 300-305.
18. Fast separations with Open tubular ion exchange capillary columns.  
S. Muller, D. Scheidegger, C. Haber, W. Simon.  
HRC&CC, 14 (1991) 174-177.
19. Quantitative determination of catecholamines in individual bovine adrenomedullary cells by reversed-phase microcolumn liquid chromatography with electrochemical detection.  
B.R. Cooper, J.A. Jankowski, D.J. Leszczyszyn, R.M. Wightman, J.W. Jorgenson.  
Anal. Chem. 64 (1992) 691-694.
20. Liquid chromatography/Mass spectrometry of conjugates and oxidative metabolites of Indole-3-acetic acid.  
A. Ostin, T. Moritz, G. Sandberg.  
Biol. Mass Spectrom. 21 (1992) 292-298.
21. Application of capillary reversed-phase high-performance liquid chromatography to high-sensitivity protein sequence analysis.  
R.L. Moritz, R.J. Simpson.  
J. Chromatogr. 599 (1992) 119-130.
22. Determination of 4,4'-methylenedianiline in hydrolysed human urine by micro liquid chromatography with ultraviolet detection.  
P. Brunmark, P. Persson, G., Skarping.  
J. Chromatogr. Biomed. Appl. 579 (1992) 350-354.
23. Analysis of the Spualestatins by on-line Packed Capillary Liquid Chromatography combined with Electrospray Mass Spectrometry.  
S.J. Lane, K.A. Brinded, N.L. Taylor, P.J.F. Watkins and M.E. Harrison.  
Rapid Commun. Mass Spectrom. 7 (1993) 953-956.
24. The use of combined capillary liquid chromatography/Mass spectrometry for the identification of a Gibberellin glucosyl conjugate.  
T. Moritz  
Phytochem. Anal. 3, 32-37 (1992).
25. Evaluation of the performance of capillary chromatography-fast atom bombardment mass spectrometry systems with precolumn addition of glycerol as a viscous matrix.  
J.P. Gagné, A. Carrier, L. Varfalvy, M.J. Bertrand.  
J. Chromatogr. 647 (1993) 13-20.
26. Origin of the decrease in chromatographic resolution induced by the addition of viscous matrices in liquid chromatography-fast atom bombardment mass spectrometric systems.  
J.P. Gagné, A. Carrier, L. Varfalvy, M.J. Bertrand.  
J. Chromatogr. 647 (1993) 21-29.
27. Deuterium oxide as a reagent for the modification of mass spectra in electrospray microcolumn liquid chromatography-mass spectrometry. K.E. Karlsson.  
J. Chromatogr. 647 (1993) 31-38.
28. Ion spray mass spectrometric detection for liquid chromatography: a concentration -or a mass-flow-sensitive device?  
G. Hopfgartner, K. Beam, J. Henion, R. Henry.  
J. Chromatogr. 647 (1993) 51-61.
29. Determination of penicillin G, ampicillin, amoxicillin, cloxacillin and cephapirin by high-performance liquid chromatography-electrospray mass spectrometry.  
R.F. Straub, R.D. Voyksner.  
J. Chromatogr. 647 (1993) 167-181.



# Glosario de abreviaturas y términos en espectrometría de masas

Como contribución a esta sección, L. Esteban presenta un glosario de términos y abreviaturas utilizados habitualmente en espectrometría de masas, recopilados a partir del libro "La espectrometría de masas en imágenes", del que es autor.

En alguno de ellos se propone ya una alternativa, como es el caso de: tiempo de vuelo/tiempo de recorrido, ionización por campo/ionización en campo. En

todos los casos proponemos seguir con las siglas inglesas originales, para no aumentar la ya impresionante profusión de letras mayúsculas con que las nuevas técnicas nos abruman de día en día.

Esperamos, como siempre, opiniones al respecto, críticas, comentarios, alternativas... y suponemos que, de todas formas, esta nueva lista será de utilidad para todos.

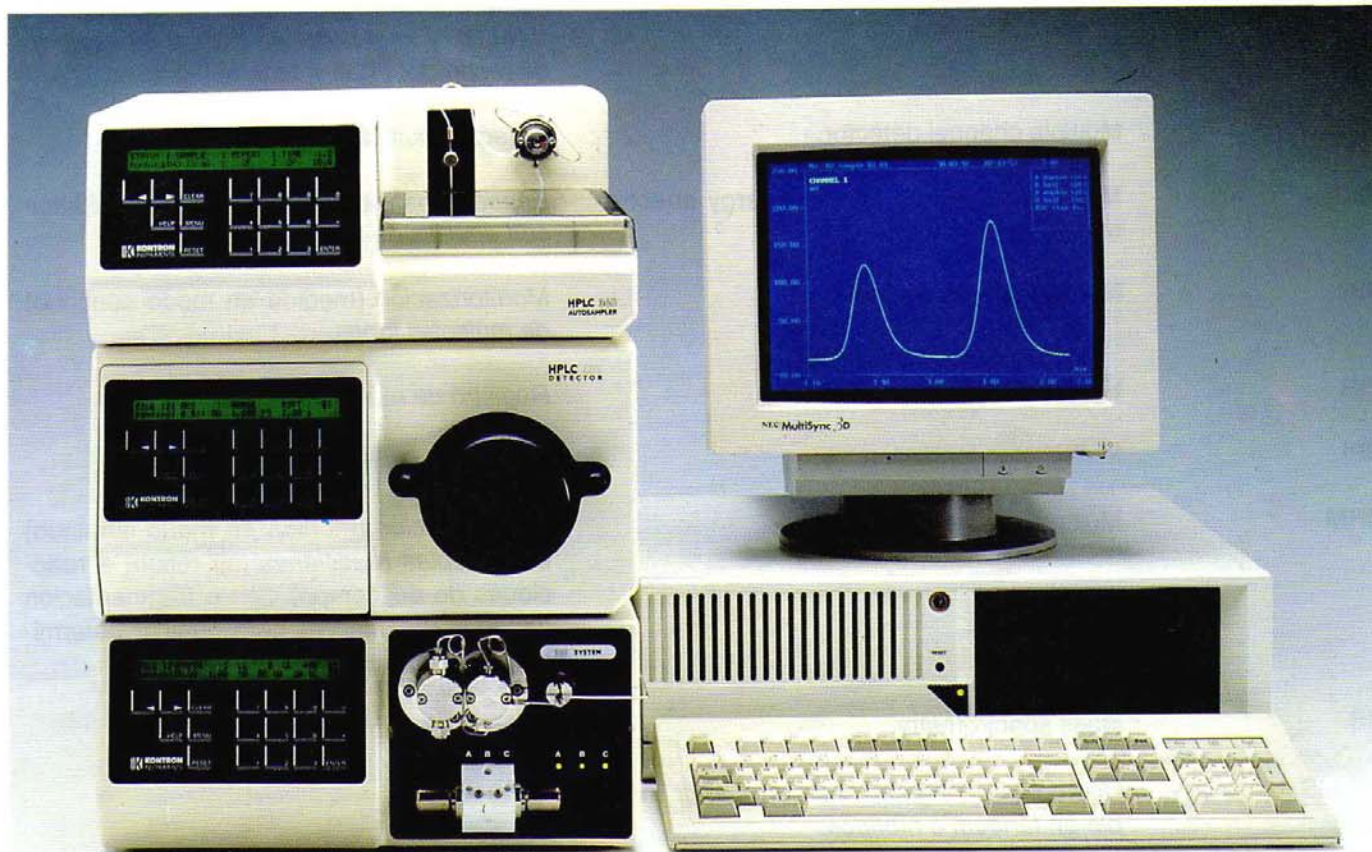
AGHIS	All glass heated inlet system.	Sistema de entrada "en vidrio" (de vidrio) calentado.
API	Atmospheric pressure ionisation.	Ionización a presión atmosférica.
APCI	Atmospheric pressure chemical ionisation.	Ionización química a presión atmosférica.
BE BEQQ EB EBQQ EBE EBEQQ EBEB BEBE EBEEBE EBE-TOF	Abreviaturas que corresponden a diferentes geometrías de espectrómetros de masas magnéticos de enfoque doble o múltiple, híbridos y en tandem. Las siglas indican la posición relativa y el tipo de analizadores empleados: E = sector electrostático B = sector magnético Q = cuadrupolo TOF = analizador por tiempo de recorrido (tiempo de vuelo) (time of flight)	
CAD	Collision activated decomposition (or dissociation).	Descomposición (disociación) activada por colisión.
CE	Capillar electrophoresis.	Electroforesis capilar.
CI	Chemical ionisation.	Ionización química.
CI+		Ionización química positiva.
CI-		Ionización química negativa.
CID	Collision induced decomposition (or dissociation).	Descomposición (o disociación) inducida por colisión.
CVF	Cone voltage fragmentación.	Fragmentación inducida mediante voltaje aplicado a los conos.
DC	Direct current.	Corriente continua.
DIP	Direct insertion probe.	Sonda de introducción directa de muestras, también llamada sonda de sólidos.
DLI	Direct liquid introduction.	Introducción directa de líquidos.
DCI	Direct (or desorption) chemical ionisation).	Ionización química directa (o por desorción).



DEI	Direct (or desorption) electron impact.	<i>Ionización directa (o por desorción) de impacto electrónico.</i>
EI	Electron impact.	<i>Ionización por impacto electrónico.</i>
ES	Electrospray.	<i>Electronebulización (o electropulverización).</i>
ESI	Electrospray ionisation.	<i>Ionización por electronebulización.</i>
FAB	Fast atom bombardment.	<i>Bombardeo con (o por) átomos rápidos.</i>
FD	Field desorption.	<i>Desorción en campo eléctrico (o por campo eléctrico).</i>
FI	Field Ionisation.	<i>Ionización en campo eléctrico (o por campo eléctrico).</i>
FIB	Fast ion bombardment.	<i>Bombardeo con (o por) iones rápidos.</i>
FPD	Focal plane detection.	<i>Detección en plano focal.</i>
FT-ICRMS	Fourier transform ion cyclotron resonance mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de resonancia ciclotrónica con transformada de Fourier.</i>
GC-MS	Gas chromatography - Mass spectrometry.	<i>Técnica combinada Cromatografía de gases - Espectrometría de masas.</i>
GC-C-IRMS	Gas Chromatography - combustion - isotope ratio mass spectrometry.	<i>Cromatografía de gases seguida de combustión catalítica y determinación de relaciones isotópicas de isótopos estables por espectrometría de masas.</i>
GD	Glow discharge.	<i>Plasma de descarga luminiscente, o plasma de descarga a baja presión.</i>
GD-MS	Glow discharge - Mass spectrometry.	<i>Descarga luminiscente - Espectrometría de masas.</i>
GIRMS	Gas isotope ratio mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de relaciones isotópicas en gases.</i>
HIIDMS	Heavy ion induced desorption mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas con desorción inducida por bombardeo con iones pesados.</i>
ICP	Inductively coupled plasma.	<i>Plasma de acoplamiento inductivo.</i>
ICP-MS	Inductively coupled plasma - mass spectrometry.	<i>Técnica combinada de espectrometría de masas con fuente de ionización de plasma de acoplamiento inductivo.</i>
IKES	Ion kinetic energy spectroscopy.	<i>Espectroscopía de energía cinética iónica.</i>
ITD	Ion trap detector.	<i>Detector de trampa de iones.</i>
IT-MS	Ion trap mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de trampa iónica.</i>
IRMS	Isotope ratio mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de relaciones isotópicas.</i>



## HPLC KONTROLER



El sistema HPLC Kontroler está pensado para que todos sus análisis sean seguros. Consta de los siguientes elementos:

- Bomba inteligente programable, con gradientes ternarios, modelo 325.
- Autoinyector para 65 muestras, modelo 360.
- Detector UV-VIS de longitud de onda variable, modelo 332.
- Estación de datos PC Integration Pack, con ordenador e impresora.

Llámenos. Kontron Instruments está siempre cerca de Vd.

Teléf. Gratuito (900) 10 10 51	Madrid (91) 358 18 35	Barcelona (93) 419 51 75	Sevilla (95) 446 36 94	Valencia (96) 362 51 10
Zaragoza (976) 38 87 09	Bilbao (94) 471 02 51	Tenerife (922) 27 36 65	Las Palmas (928) 37 32 00	KONTRON INSTRUMENTS



LC-MS	Liquid chromatography - Mass spectrometry.	Técnica combinada de <i>cromatografía de líquidos</i> y <i>espectrometría de masas</i> .
LD	Laser desorption.	<i>Desorción por láser</i> .
LSIMS	Liquid secondary ion mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de iones secundarios, en fase líquida</i> .
MALDI	Matrix assisted laser desorption mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas con ionización por desorción mediante láser, asistida por matriz</i> .
MALDI-TOF		<i>Espectrometría de masas con ionización "MALDI" y analizador de tiempo de vuelo (o de recorrido) (TOF = time of flight)</i> .
MCD	Multiple channel detector.	<i>Detector multicanal</i> .
MIKES	Mass analysed ion kinetic energy spectrometry.	<i>Espectrometría de energía cinética iónica con análisis de masas</i> .
MIM	Multiple ion monitoring.	<i>Monitorización (medida en modo continuo) de múltiples iones</i> .
MIR	Multiple ion recording.	<i>Registro de múltiples iones</i> .
MPI	Multiphoton ionisation.	<i>Ionización multifotónica</i> .
MRM	Multiple reaction monitoring.	<i>Monitorización (medida en modo continuo) de múltiples reacciones (se refiere a reacciones de descomposición o fragmentación de iones precursores para originar determinados iones fragmento)</i> .
MS	Mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas</i> .
MS-MS (MS) <sup>2</sup> ..... (MS) <sup>n</sup>	Diferentes configuraciones de <i>sector múltiple en tándem o híbridos</i> .	
NGMS	Noble gas mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de gases nobles</i> .
NRMS	Neutrals reionisation mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas con reionización de fragmentos neutros</i> .
PB	Particle beam.	<i>Haz de partículas</i> .
PD	Plasma desorption.	<i>Desorción por plasma</i> .
PITMS	Positive ion thermospray mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de iones positivos por termonebulización</i> .
PSP	Plasmaspray.	<i>Nebulización en plasma</i> .
QQQ		<i>Geometría de triple cuadrupolo</i> .
REMPI	Resonance enhanced multiphoton ionisation.	<i>Ionización multifónica intensificada (o acrecentada) por resonancia</i> .



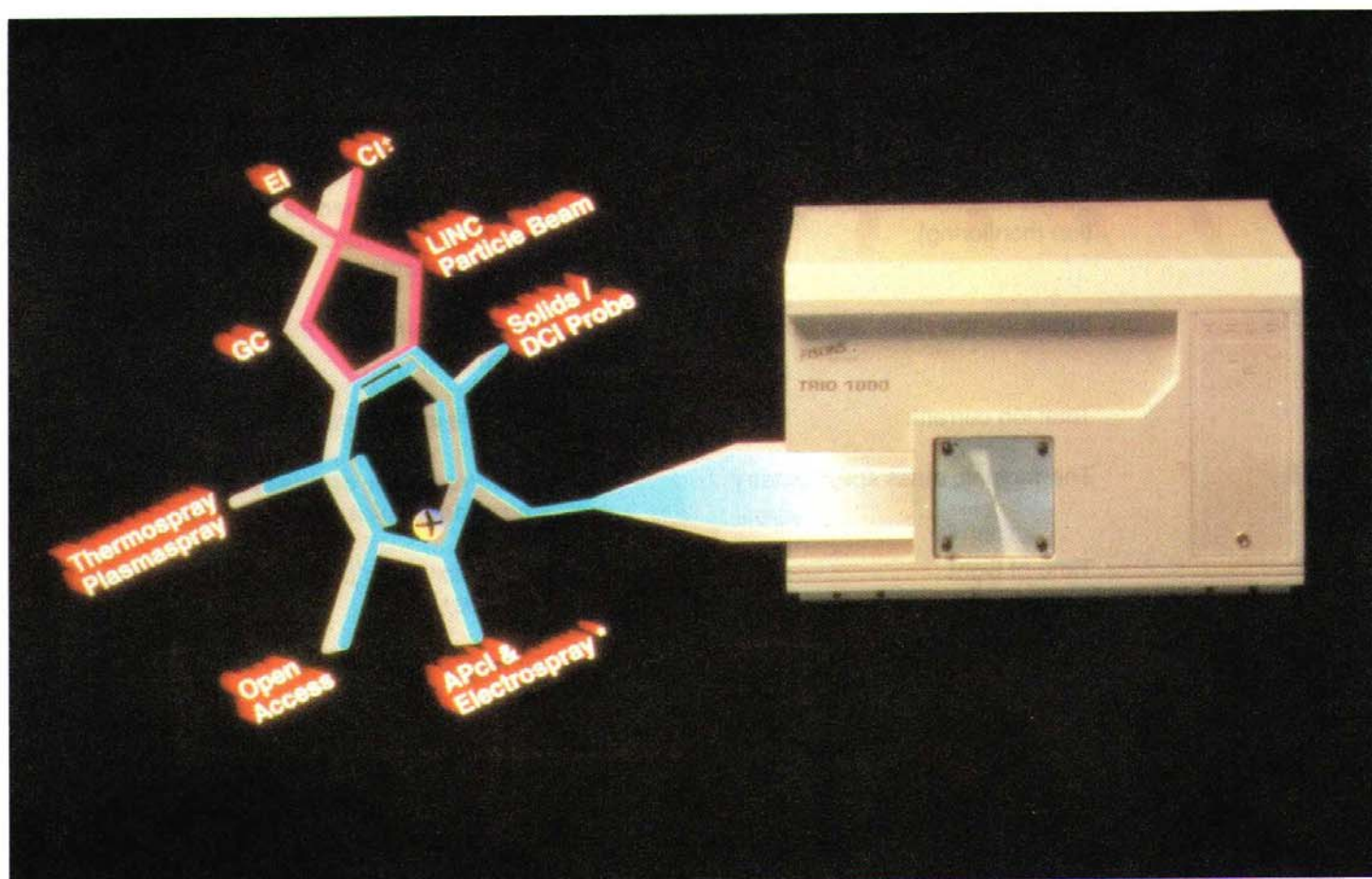
RIC	Recorded ion current.	<i>Registro de corriente iónica.</i>
RIMS	Resonance ionisation mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas con ionización por resonancia.</i>
RPS	Robotic probe system.	<i>Sistema de introducción de muestras con sonda robotizada.</i>
SEM	Secondary electron multiplier.	<i>Multiplicador de electrones secundarios.</i>
SFC-MS	Supercritical fluid Chromatography - Mass spectrometry.	<i>Técnica combinada de cromatografía de fluidos supercríticos y espectrometría de masas.</i>
SIM	Single ion monitoring (or selected ion monitoring).	<i>Monitorización de un solo ion (o de iones seleccionados).</i>
SIMS	Secondary ion mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de iones secundarios.</i>
SIR	Single ion recording (or selected ion recording).	<i>Registro de un sólo ion (o de iones seleccionados).</i>
SIRMS	Stable isotope ratio mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas de relaciones isotópicas de isótopos estables.</i>
SNMS	Sputtered neutrals mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas por ionización de partículas neutras secundarias.</i>
SRM	Single reaction monitoring (or selected reaction monitoring).	<i>Monitorización (medida en modo continuo) de una sola reacción (o de reacciones seleccionadas).</i>
SS-MS	Spark source mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas con fuente de chispa.</i>
TIC	Total ion current.	<i>Corriente iónica total.</i>
TIMS	Thermoionic mass spectrometry.	<i>Espectrometría de masas con fuente de ionización térmica (o termoiónica).</i>
TOF	Time of flight.	<i>Analizador de (o por) tiempo de vuelo (o de recorrido).</i>
TSP	Thermospray.	<i>Termonebulización.</i>
UHV	Ultra high vacuum.	<i>Ultra-alto vacío.</i>
LIBRARY	Espectroteca.	<i>Colección de espectros, normalmente residente en la memoria del ordenador asociado al espectrómetro de masas, utilizada para comparación e identificación del espectro problema.</i>
PARENT ION	Ion precursor.	<i>Ion que origina, mediante fragmentación, iones fragmento y partículas neutras.</i>
DAUGHTER ION	Ion fragmento.	<i>Ion originado por fragmentación de un precursor.</i>

*Luis I. Esteban*



# TRIO 1000

NADIE PUEDE OFRECER MAS EN  
HRGC-HPLC/MS (BENCHTOP)



**FISONS**  
Instruments



# Información bibliográfica

## TRABAJOS DE LA REUNIÓN DE GRANADA PUBLICADOS EN EL *JOURNAL OF CHROMATOGRAPHY*

Vol. 655, Núm. 1, 1993.

*Solution properties of polyelectrolytes. IX. Quantitative dependence on eluent strength of elution volumes in aqueous size-exclusion chromatography*, R. García, I. Porcar, A. Campos, V. Soria y J.E. Figueruelo.

*Thermodynamic characterization of Superox 20M by inverse gas chromatography*, E. Fernández-Sánchez, A. Fernández-Torres, J.A. García-Domínguez y E. López de Blas.

*Separation of acidic proteins by capillary zone electrophoresis and size-exclusion high-performance liquid chromatography: a comparison*, M.E. Legaz y M.M. Pedrosa.

*Image analysis of photochemically derivatized and charge-coupled device-detected phenothiazines separated by thin-layer chromatography*, F. García Sánchez, A. Navas Díaz y M.R. Fernández Correa.

*Thin-layer chromatography and fibre-optic fluorimetric quantitation of thiamine, riboflavin and niacin*, A. Navas Díaz, A. Guirado Paniagua y F. García Sánchez.

*Thin-layer chromatography of N,N-disubstituted dithiocarbamates of nickel(II) and cobalt(II)*, B. Martínez, J.C. Orte, M. Miró, G. Crovetto y J. Thomas.

*Supercritical fluid extraction of tributyltin and its degradation products from seawater via liquid-solid phase extraction*, R. Alzaga y J.M. Bayonu.

*Determination of organochlorine compounds in anion-exchange resins by UV irradiation and ion chromatography*, L. Comellas, J.L.I. Liberia, A. Roca y R. Valhonrat (Barcelona, Spain) and M. Boronat.

*Separation of basic proteins by capillary electrophoresis using cross-linked polyacrylamide-coated capillaries and cationic buffer additives*, A. Cifuentes, M. de Frutos, J.M. Santos y J.C. Díez-Masa.

*Determination of clenbuterol and salbutamol in urine by capillary gas chromatography with capillary columns of 100  $\mu\text{m}$* , J.A. García Regueiro, R. Pérez y G. Casademont.

*Separation and characterization of rat kidney isometallothioneins induced by exposure to inorganic mercury*, M.A. Morcillo y J. Santamaría.

*Liquid chromatography and radioimmunoassay method for the determination of prostaglandins E<sub>1</sub> and E<sub>2</sub> in rat embryo incubates (Short Communication)*, G. Hotter, J. Roselló-Catafau, D. Closa, G. Bloque, E. Gelpí, A. Javerbaum, E. González y M.A.F. Gimeno.

*High-performance liquid chromatographic determination of plasma triglyceride type composition in a normal population of Barcelona. Relationship with age, sex and other plasma lipid parameters*, M. Parreño, A.I. Castellote y R. Codony.

*Supercritical fluid extraction of fluvalinate residues in honey. Determination by high-performance liquid chromatography*, J. Atienza, J.J. Jiménez, J.L. Bernal y M.T. Martín.

*High-performance liquid chromatographic determination of ten heterocyclic aromatic amines with electrochemical detection*, M.T. Galcerán, P. Pais y L. Puignou.

*Determination of organic acids in grape musts, wines and vinegars by high-performance liquid chromatography*, E. Gacía Romero, G. Sánchez Muñoz, P.J. Martín Alvarez y M.D. Cabezudo Ibáñez.

*Photodiode array detection for elucidation of the structure of phenolic compounds*, B. Bartolomé, M.L. Bengoechea, M.C. Gálvez, F.J. Pérez-Iltzarbe, T. Hernández, I. Estrella y C. Gómez-Cordovés.

*Determination of organophosphorous and nitrogen-containing pesticides in water samples by solid phase extraction with gas chromatography and nitrogen-phosphorus detection*, C. de la Colina, A. Peña Heras, G. Dios Cancels y F. Sánchez Rasero.

*Gas chromatographic screening of organic compounds in urban aerosols. II. Changes in hydrocarbon composition during storage*, M. Aceves y J.O. Grimalt.

*Preconcentration of samples by steam distillation-solvent extraction at low temperature*, G.P. Blanch, M. Herráiz, G. Reglero y J. Tabera.

*Determination of chlorinated insecticides in blood samples of agricultural workers*, M.G. Rosell, J. Obiols, M.J. Berenguer, X. Guardino, F. López y J. Brosa.

*Evidence obtained by gas chromatography-mass spectrometry of conversion of alkanes into aromatic compounds during coal*, R. Moliner, M. Lázaro, A. Fernández, J. Ibarra y L. Comellas.

Vol. 655, Núm. 2, 1993.

*Influence of the chromatographic capacity factor ( $\log k'$ ) as an index of lipophilicity in the antibacterial activity of a series of 6-fluoroquinolones. Relationship between physico-chemical and structural properties and their hydrophobicity*, C. Martorell, A.C. Calpena, E. Escribano, J.M. Poblet y J. Freixas.

*Solution properties of polyelectrolytes. VIII. A comparative study of the elution behaviour on two organic-based packings*, R. García, I. Porcar, A. Campos, V. Soria y J.E. Figueruelo.

*Determination of phenols at the ng/l level in drin-*



king and river waters by liquid chromatography with UV and electrochemical detection, J. Ruana, I. Urbe y Borrull.

*High-performance liquid chromatographic analysis of polyphenolic compounds predominating in sherry musts*, D.A. Guillén, C.G. Barroso y J.A. Pérez-Bustamante.

*Fast screening method for diuretics, probenecid and other compounds of doping interest*, R. Ventura, T. Nadal, P. Alcalde, J.A. Pascual y J. Segura.

*Matrix effects and solute discrimination when injecting dirty samples in capillary columns. Comparative study between classical split and splitless injections*, V. Ferreira, A. Escudero, J. Salafranca, P. Fernández y J. Cacho.

*Improvements in the separation of polychlorinated biphenyl congeners by high-resolution gas chromatography. Application to the analysis of two mineral oils and powdered milk*, M.T. Galcerán, F.J. Santos, D. Barceló y J. Sánchez.

*Clean-up confirmation procedures for gas chromatographic determination of pesticide residues in contaminated waters. Part 1*, E. Viana, J.C. Moltó, J. Mañes y G. Font.

*Gas chromatographic analysis of organophosphorous pesticides of horticultural concern*, A. Agüera, M. Contreras y A.R. Fernández-Alba.

*Field sampling and analysis of volatile reduced sulphur compounds in air, water and wet sediments by cryogenic trapping and gas chromatography*, R. Simo, J.O. Grimalt y J. Albaigés.

*Solid-phase extraction of soluble proteins in grape musts*, L.M. González y R. González-Lara.

#### **Vol. 657, Núm. 1, 1993.**

*Development of an analytical procedure to study linear alkybenzenesulphonate (LAS) degradation in sewage sludgeamended soils*, L. Comellas, J.L. Portillo y M.T. Vaquero.

*Determination of phosphate in samples with high levels of sulphate by ion chromatography*, M.T. Galcerán, M. Díez y L. Paniagua.

*Characterization of capillary column stationary phases by statistical analysis of retention data*, J. Sanz, M.I. Jiménez y I. Martínez Castro.

*Flash pyrolysis-gas chromatography of the kerogen and asphaltene fractions isolated from a sequence of oil shales*, J.C. del Río, J. García-Mollá, F.J. González-Vola y F. Martín.

*Evaluation of isoflurane in air by thermal desorption-gas chromatography*, C. Prado, F. Peringo, I. Ibarra y J. Tortosa.

*Application of thermal desorption to the biological monitoring of organic compounds in exhaled breath*, J.F. Peringo, C. Prado, I. Ibarra y J. Tortosa.

*Evaluation and optimization of the automatic thermal desorption method in the gas chromatographic determination of plant volatile compounds*, J.L. Esteban, I. Martínez Castro y J. Sanz.

## **ARTÍCULOS DE INTERÉS**

*En los artículos que se resumen a continuación se aborda el problema de la especiación de las diferentes formas de arsénico orgánico e inorgánico con interés medioambiental. Las publicaciones ponen de manifiesto las enormes posibilidades que técnicas como la electroforesis capilar o la cromatografía de líquidos de alta resolución con diferentes acoplamientos tienen dentro de este campo.*

### **Separation of arsenic anions by capillary zone electrophoresis with UV detection.**

*Fresenius J. Anal. Chem. (1992) 342:357-362.*

P. Morin, M.B. Amran, S. Favier, R. Heimbürger, and M. Leroy.

En este trabajo se pone a punto la separación de cuatro especies de arsénico capaces de formar aniones (arsenito, arseniato, ácido monometilarsénico y ácido dimetilarsénico) por electroforesis capilar de solución libre (FSCE), utilizando una columna de sílice fundida cuya superficie se equilibra entre inyección e inyección pasando una solución alcalina durante cinco minutos y tampón fosfato durante 15 minutos. En estas condiciones, la separación de las especies se basa en sus diferentes movilidades electroforéticas. La detección se realiza on-column por espectrofotometría UV a 190nm.

Los autores optiman el portador, el voltaje aplicado y la temperatura de operación, consiguiendo altas eficiencias, tiempos de análisis cortos y bajos límites de detección.

### **Séparation d'espèces arséniées organiques et minérales par chromatographie en phase liquide et électrophorèse capillaire.**

*Analisis (1992) 20:383-390.*

M. Albert, C. Demesmay, M. Porthault, J.L. Rocca.

Se estudian las posibilidades y limitaciones de la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) con columna intercambiadora de iones, así como de la electroforesis capilar de zona (CZE) con columna de sílice fundida para la especiación de diferentes compuestos de arsénico (arsenito, arseniato, ácidos monometilarsénico, dimetilarsénico y monofenilarsénico y, sólo por HPLC, arsenobetaína y arsenocolina).

Una vez optimizados los principales parámetros físicoquímicos que afectan a la separación en ambas técnicas se consiguen tiempos de análisis similares, pero la posibilidad de realizar acoplamientos del tipo HPLC-ICP o HPLC-ICP/MS permite reducir los límites de detección en masa hasta niveles comparables (50 pg de As) a los obtenidos en CZE con detección UV (190 nm). La diferencia en los volúmenes de muestra inyectados en HPLC y CZE hacen sin embargo que la cromatografía resulte más sensible.



### **Speciation of organic and inorganic arsenic by HPLC-HG-ICP**

*Microchim. Acta (1992) 109:39-45.*

R. Rubio, A. Padró, J. Albertí, and G. Rauret.

El acoplamiento de la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) con la generación de hidruros (HG) y la espectrometría de emisión atómica inducida por plasma (HPLG-HG-ICP) permite obtener bajos límites de detección pero, en el caso del arsénico, restringe el estudio a aquellas especies capaces de formar hidruros.

Los autores comparan la separación de arsenito, arseniato, ácido monometilarsénico (MMA) y ácido dimetilarsénico (DMA) por elución en gradiente y en régimen isocrático con dos columnas de intercambio aniónico (Nucleosil-5SB y Hamilton PRP X-100), y la eficacia de paso de reducción con  $\text{NaBH}_4$  al añadir diferentes concentraciones de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  o  $\text{HCl}$ .

El método optimado se aplica al estudio de una matriz sintética que simula ser un extracto de pez, con recuperaciones que oscilan entre 101% y 103% para DMA, MMA y  $\text{As(V)}$ .

Lourdes Ramos

*La electroforesis capilar es una técnica de reciente aparición muy interesante para el análisis por las ventajas que presenta: sensibilidad, corto tiempo de análisis y volumen de inyección del orden de nanolitros. A continuación, se resumen tres trabajos que recogen la aplicación de esta técnica al análisis de vitaminas.*

### **Identification of vitamin B12 and analogues by high-performance capillary electrophoresis and comparison with high-performance liquid chromatography.**

*D. Lambert, C. Adjalla, F. Felden, S. Benhayoun, J.P. Nicolas and J.L. Guéant.*

*J. Chrom. 608:311-315 (1992).*

En este artículo se hace un estudio comparativo entre la Electroforesis Capilar de Alta Eficacia (HPCE) y la Cromatografía Líquida de Alta Eficacia (HPLC) aplicadas al análisis de derivados de la vitamina B12. Mientras que la reproducibilidad en los tiempos de retención es muy similar en ambos casos, la facilidad de acoplamiento con otras técnicas de análisis más sensibles es mayor en el caso de HPLC.

### **Separation of water- and fat-soluble vitamins by micellar electrokinetic chromatography.**

*C.P. Ong, C.L. Ng, H.K. Lee and S.F.Y. Li.*

*J. Chrom. 547:419-428 (1991).*

Con el uso de la Cromatografía Electrocinética Micelar Capilar (MECK) se consigue la separación de las vitaminas, tanto hidrosolubles como liposolubles

presentes en una mezcla. Asimismo se estudia la influencia que la adición al medio electroforético de modificadores, tales como ciclodextrinas y alcohol isopropílico, tiene sobre la separación de las vitaminas. En este sentido, la combinación de  $\gamma$ -ciclodextrinas con SDS proporciona las mejores condiciones de separación.

### **Analysis of water-soluble vitamins by Micellar Electrokinetic Capillary Chromatography.**

*S. Fujiwara, S. Iwase and S. Honda.*

*J. Chrom. 447:133-140 (1988).*

Por medio de la MEKC se determinan las vitaminas presentes en una mezcla compleja en 22 minutos, utilizando un buffer con SDS como agente tensoactivo para la separación y la absorción UV para la detección. Los límites de detección obtenidos son del orden de pmoles. Este trabajo recoge además un estudio completo de los distintos factores que pueden influir en la separación, tales como el pH del medio, la concentración y el tipo de agente tensoactivo utilizado.

C. Díaz

*La cromatografía líquida de alta eficacia en fase inversa ha demostrado ser una de las técnicas más útiles para el análisis de muestras de grasas y aceites. Si añadimos la posibilidad de realizar gradientes con eluyentes no acuosos, las posibilidades se amplían. Sin embargo, esto imposibilita el uso de detectores de ultravioleta o de índice de refracción, siendo, entonces, de gran utilidad el empleo del detector de masa o de dispersión de luz (LLSD, laser light scattering detector).*

*También la extracción con dióxido de carbono en condiciones supercríticas se está conviertiendo en una de las técnicas extractivas más renovadoras para la extracción de mezclas de compuestos lipídicos, ya que posee una serie de ventajas importantes frente a los métodos tradicionales de extracción y fraccionamiento de grasas. Los siguientes artículos tratan de mostrar la utilidad de estas técnicas en la investigación sobre grasas y aceites.*

### **Gradient Elution HPLC of Fats and Oils with Laser Light Scattering Detection.**

*K. Aitzetmüller, M. Grönheim.*

*Fat Sci. Technol., 95, 164-168 (1993).*

Se describe la separación de grasas y aceites utilizando la técnica de HPLC en fase inversa con gradientes de elución de distintos solventes, como acetonitrilo, 2-propanol, hexano y etanol, y detección mediante un detector de dispersión de luz (LLSD).

El empleo de la técnica de HPLC en fase inversa para el análisis de mezclas de triglicéridos se debe a



que la separación de éstos no sólo se realiza de acuerdo con su número de carbonos sino también con la existencia de dobles enlaces y el tipo y la posición de éstos. Los sistemas de HPLC de este tipo también permiten la investigación simultánea de diglicéridos.

Los inconvenientes y ventajas de este detector también se detallan. La posibilidad que ofrece este tipo de detector de utilizar gradientes permite una adaptación a distintos tipos de aplicaciones para mejorar los resultados, como la detección de triglicéridos saturados de alto peso molecular, que escaparían a la detección de detectores UV usando estos sistemas o similares, que eviten el problema de la baja solubilidad de estos triglicéridos.

Se comparan muestras obtenidas por interesterificación e hidrogenación de aceite de palma para conseguir una buena mezcla de triglicéridos saturados con otras grasas y aceites. También se comparan los resultados obtenidos con los de detectores UV para las mismas condiciones de elución.

#### **Determination of the Positional Distribution of Fatty Acids in Butterfat Triacylglycerols.**

*S. Kermasha, S. Kubow, M. Safari, A. Reid.*

*Journal of the American Oil Chemists' Society, 70, 169-173 (1993).*

En este trabajo se han separado patrones de triacilglicerol (TAG) por HPLC en fase inversa con gradiente de elución y con un detector de masa o de dispersión de luz (LLSD); se observó una alta sensibilidad para estos compuestos frente a la pobre sensibilidad ofrecida por detectores UV. También se realizó la separación de grasa láctea por este mismo equipo de HPLC analítico. El motivo de usar grasa láctea se debe a que contiene un gran número de ácidos grasos (este trabajo señala que los hipercolesterolémicos están en concentración importante, si bien, el palmítico comienza ya a considerarse como no hipercolesterolémico) y, por tanto, una compleja variedad de especies moleculares de TAGs; además, el análisis de la distribución posicional de los ácidos grasos en los triacilglicerol de grasa y aceites es cada vez más importante por el posible papel que desempeñan en el metabolismo del colesterol.

La caracterización de la grasa láctea comenzó con una separación por HPLC preparativa y la recogida de fracciones. Posteriormente se analizó la posición de los ácidos grasos en los TAGs de cada fracción; para el análisis se utilizaron fosfolipasas y lipasa pancreática, que producen mono y diacilglicerol. Los ácidos grasos de éstos fueron analizados por cromatografía de gases.

El análisis mostró la presencia de isómeros posicionales en cada fracción, predominando la presencia de ácidos grasos de cadena larga saturada en la posición *sn*-2.

#### **Development of a New SFE Method for Rapid Determination of Total Fat Content of Food.**

*P. Lembke, H. Engelhardt.*

*Chromatographia, 35, 509-516, (1993).*

Este trabajo propone la aplicación de la extracción con fluidos supercríticos (SFE) para la determinación del contenido total de grasa de carne y queso como alternativa eficaz, rápida y económica a los métodos oficiales alemanes, que utilizan la extracción con solventes líquidos. Bajo las condiciones óptimas, la extracción de los lípidos es cuantitativa en sólo 35 minutos (5-6 horas con los métodos clásicos), con una media de recuperación mayor al 95%. Para determinar el contenido total de grasa en las muestras se debió hacer un tratamiento ácido previo a la extracción para liberar los lípidos adsorbidos a azúcares y proteínas; así también se consigue que la extracción sea independiente de la matriz de la muestra, lo que también lo hace interesante para el análisis de otros alimentos y muestras.

Las dos principales ventajas de este tipo de análisis son la reducción significativa del tiempo de extracción y del total del análisis (2.5-3.5 horas frente a 8-11 horas en los métodos clásicos) y el bajo uso de solventes orgánicos; esto reduce considerablemente los costes de análisis y también posee beneficios en los aspectos medioambiental y toxicológico. Sin embargo el total de grasa determinada por SFE es generalmente menor a los métodos convencionales debido a que los lípidos polares, como los fosfolípidos, no pueden ser extraídos por el dióxido de carbono supercrítico.

*P. Ruiz-Sala*

#### **Nomenclature for chromatography (IUPAC recommendations 1993)**

*L.S. Ettre*

*Pure & Appl. Chem. 65 (1993) 819-872*

Es un extenso informe que presenta las definiciones de términos y símbolos usados en todas las separaciones cromatográficas. Incluye cromatografía de gases, de líquidos, de exclusión, de cambio iónico y de fluidos supercríticos, así como cromatografía en columna y en plano (¿se podría decir planal?). Se incluyen definiciones para describir los procesos de separación, el sistema cromatográfico, los equipos instrumentales y las propiedades de los detectores.



## RESEÑA DE LIBROS

*La espectrometría de masas en imágenes.*

Luis Esteban.

ACK Editores, 1993.

La espectrometría de masas presenta en la actualidad un rápido crecimiento tanto en su desarrollo instrumental como en sus aplicaciones prácticas. Sin embargo, es escasa la bibliografía reciente sobre esta técnica y casi nula la existente en castellano. Por otro lado, la mayor parte de los libros asequibles en nuestro país prestan una especial atención a los mecanismos de fragmentación y a su aplicación en la interpretación de espectros, descuidando en su mayor parte el aspecto instrumental de la técnica.

El libro "La espectrometría de masas en imágenes" viene a llenar este hueco existente en la literatura analítica española. Tras describir en los capítulos 1 y 2 los fundamentos básicos de la espectrometría de masas, expone con detalle (capítulos 3 a 6) las características instrumentales de los aparatos de uso más frecuente en análisis orgánico: sistemas de introducción de muestra, analizadores, sistemas de ionización

y acoplamientos con técnicas cromatográficas. En los restantes capítulos (7 a 11), se incluyen junto a otras técnicas, como análisis elemental y análisis isotópicos, los más recientes avances instrumentales de la espectrometría de masas y sus aplicaciones.

Además de la mencionada atención al aspecto instrumental de la técnica, la característica fundamental del libro viene mencionada en su título: tanto los esquemas básicos de funcionamiento como las distintas partes de un instrumento quedan reflejados en figuras en color, que ayudan notablemente a la comprensión del texto, escrito por otra parte con gran claridad. La presentación simultánea de los términos en inglés y castellano, junto con la cuidadosa elección de estos últimos, es de agradecer en una técnica en que se ha generalizado un excesivo uso de acrónimos.

Por estos motivos, el libro es de interés tanto para el estudiante de química analítica como para el experto en esta técnica que quiera conocer sus más recientes avances en el análisis orgánico o las aplicaciones de su desarrollo en otros campos.

J. Sanz

## Humor, por Lopesánchez



-¡Pero si yo sólo apreté la tecla DEL para borrar...!



## COMITÉS EDITORIALES

*En números anteriores se incluyeron en esta sección los nombres y direcciones de aquellos socios del GCTA que pertenecen a comités editoriales de revistas nacionales e internacionales. Se nos ha sugerido que, con el fin de facilitar el contacto con ellos, se incluyan además sus números de teléfono. A continuación figura la lista actual, por orden alfabético. Recordamos a los lectores que cualquier información adicional referente a nuevos nombres u otras revistas, será bien recibida.*

### Anales de Química

- Luis M<sup>a</sup> Polo  
Facultad de Química (UCM) (91) 394 43 26.
- Joaquín Plumet  
Facultad de Química (UCM) (91) 394 01 00.

### Biological Mass Spectrometry

- Emilio Gelpí  
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)  
(93) 204 06 00.

### Bulletin de l'O.I.V.

- M<sup>a</sup> Dolores Cabezudo  
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)  
(91) 562 29 00.

### Chemosphere

- Joan Albaigés (Corresponding Editor)  
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)  
(93) 204 06 00.

### Grasas y aceites

- Enrique Graciani  
Instituto de la Grasa (CSIC) (95) 461 15 50.

### International Dairy Journal

- Manuela Juárez  
Instituto del Frío (CSIC) (91) 544 56 07.

### International Journal of Environmental Analytical Chemistry

- Joan Albaigés (Editor-in-Chief)
- Damià Barceló  
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)  
(93) 204 06 00.

### Journal of Chromatography (Symp. Vol.)

### Journal of Pharmaceutical Sciences

### Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis

- Emili Gelpí  
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)  
(93) 204 06 00.

### Oceanologica Acta

- Joan Albaigés  
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)  
(93) 204 06 00.

### Polymer International

- Issa Katime  
Facultad de Ciencias. U. País Vasco (94) 464 88 00.

### Química Analítica

- José Manuel Pingarrón  
Facultad de Química. UCM (91) 394 43 15.

### Rapid Communications in Mass Spectrometry

- Emilio Gelpí  
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)  
(93) 204 06 00.

### Revista de Ciencia y Tecnología de Alimentos

- José Alberola  
Instituto de Agroquímica (CSIC) (96) 369 08 00.
- Clara Díez de Bethencourt  
Instituto de Estudios Avanzados (CSIC)  
(971) 17 31 67.
- Manuela Juárez  
Instituto del Frío (91) 544 56 07.
- Concepción Llaguno (91) 365 52 34.
- Agustín Olano  
Instituto de Fermentaciones Industriales  
(91) 562 29 00.

### Toxicological and Environmental Chemistry

- Joan Albaigés (93) 204 06 00.

### Spectroscopy International

- Emilio Gelpí  
Centro de Investigación y Desarrollo (93) 204 06 00.

### Trends in Analytical Chemistry

- Damià Barceló (93) 204 06 00.



# Noticias del GCTA

## Reunión científica de 1993 en Barcelona

Los pasados días 20 a 22 de octubre tuvo lugar en Barcelona, y en el marco de Expoquimia, la Reunión Científica Anual correspondiente a 1993, que transcurrió, en sesiones paralelas, junto con las de Espectroscopia, Electroquímica, de Calorimetría y Análisis Térmico, como parte de las VI Jornadas de Análisis Instrumental. Las sesiones correspondieron a los temas siguientes: materiales y nuevas metodologías analíticas; ciencias de la vida; alimentos; medio ambiente; cromatografía y validación de métodos analíticos; medio ambiente y nuevas metodologías analíticas.

Al finalizar las jornadas, tuvo lugar la entrega del premio "Antonio Hidalgo", establecido por Perkin-Elmer Hispania a la mejor comunicación, que fue otorgado a la presentada por M. de Frutos, C. García Tendero, J.C. Díez Masa y A. Cifuentes, del Instituto de Química Orgánica General del CSIC (todos ellos miembros del GCTA) con el título "Electroforesis capilar con geles amovibles para la separación de proteínas por pesos moleculares". Se concedieron dos menciones especiales a los trabajos "Fotorreactor tubular en continuo: acoplamiento LC-UV-HG-IPC/OES para la especiación de arsénico en muestras ambientales", por G. Rauret, J. Alberti y R. Rubio, de la Universidad de Barcelona, y "Aplicación de la polarografía de onda cuadrada a la determinación directa de tirosina en orina", por L. Hernández, P. Hernández, O. Nieto y F. Galán, de la Universidad Autónoma de Madrid.

## Asamblea anual

Tuvo lugar el día 21 de octubre, al finalizar las sesiones del día, con asistencia de unos 60 miembros. Tras la lectura y aprobación del acta de la reunión anterior, X. Guardino leyó el informe de secretaría, del que cabe destacar algunos datos: el número de socios en esa fecha era de 687, y durante el año habían aumentado en 71, restadas las bajas. Se habían concedido 43 becas de asistencia a la reunión, de ellas 17 de inscripción sólo, y 26 con ayuda de viaje. A continuación, el tesorero, Lluís Comellas, repartió hojas con el resumen económico, que era satisfactorio, por lo que se decidió no subir las cuotas en 1994. El presidente, E. Gelpí, dio también datos satisfactorios sobre la reunión de Granada en 1992: 40 de los trabajos estaban aceptados en el *Journal of Chromatography*. Para continuar con esta marcha, observó la necesidad de internacionalizar las reuniones anuales, comenzando por la de 1994, que habrá de celebrarse en Peñíscola. También comunicó la próxima creación en Barcelona de un grupo de espectrometría de masas.

## Próxima reunión

Tendrá lugar en Peñíscola, del 19 al 21 de octubre

de 1994. Esta vez tendrá carácter internacional; las comunicaciones y conferencias podrán presentarse en castellano, inglés o francés. Los trabajos se publicarán en *Journal of Chromatography*.

Para recibir la segunda circular, escribir a:  
Dr. Jordi Mañes Vinuesa  
Laboratorio de Toxicología y Bromatología  
Facultat de Farmàcia  
Avda. Vicent Andrés Estellés, s/n  
46100 Burjassot (Valencia)  
Tel.: 96-386 49 58. Fax: 96-386 49 54.

## I Reunión del Grupo Local de Espectrometría de Masas de Barcelona

*Centro de Investigación y Desarrollo, CSIC, Barcelona, 13 de diciembre de 1993.*

Bajo el patrocinio de la Direcció General de Recerca (Generalitat de Catalunya) y el GCTA-RSEQ además de las empresas Fisons Instruments, Kontron Ibérica y Varian Ibérica se celebró la I Reunión del Grupo Local de Espectrometría de Masas de Barcelona. Se celebraron dos conferencias plenarias, de los profesores A.L. Burlingame (Universidad de California, USA) y W.M.A. Niessen (Universidad de Leiden, Holanda) sobre dos temas actuales en el campo de la espectrometría de masas como son la simbiosis entre la espectrometría de masas y la biología estructural y la mejora de nuevos sistemas de interfase en LC-MS.

La reunión contó, tal y como había sido anunciado, con la participación de diversos grupos locales que llevan una trayectoria en diversos campos de aplicaciones de la espectrometría de masas. Dieron ponencias explicativas de los trabajos que comúnmente realizan en espectrometría de masas unos doce grupos que trabajan asiduamente tanto en centros oficiales (CID-CSIC, Universidad de Barcelona, IQS, IMIM, CNCT, Hospital de Sant Pau) como en empresas farmacéuticas (LASA, Lab. Ferrer y Lab. Esteve).

La reunión hay que calificarla como muy positiva, por ser la primera celebrada en este país. Contó con la presencia de unos noventa asistentes entre los cuales había profesionales desplazados incluso de fuera de Barcelona. La participación a nivel de preguntas y discusión con los ponentes fue muy positiva y la conclusión final fue que la mayoría de los presentes deseaban continuar con este tipo de experiencias, ya fuese a nivel de sesiones de un día o incluso iniciando reuniones anuales o bianuales sobre espectrometría de masas.

Para concluir quiero mencionar este tipo de reuniones se van a continuar y muy probablemente en forma de *workshops* de 1-2 días de duración que se realizarán, en una primera fase, en el área catalana y que posteriormente podrían insertarse de manera complementaria, ya sea antes o después, en las reuniones anuales del GCTA. Para finalizar, he de



comentar que estamos abiertos a todo tipo de sugerencias sobre la realización de reuniones sobre espectrometría de masas. Creemos que ahora –debido al aumento espectacular en la adquisición de equipos y por lo tanto del número de usuarios– ha llegado el momento de que este país se inserte de una manera definitiva en el campo de la espectrometría de masas.

*D. Barceló*

## **NUEVOS SOCIOS DEL GCTA**

Puig Peña, David  
CID-CSIC  
Jordi Girona, 18-26  
08034 BARCELONA

Bengoechea Molina, M<sup>a</sup> Luz  
Inst. Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Rovira Guerin, María  
Institut Químic de Sarrià  
Av. Institut Químic de Sarrià, s/n  
08017 BARCELONA

Fernández López, José Antonio  
Dpto. de Ingeniería Química  
Escuela Politécnica Superior  
Paseo Alfonso XIII, 54  
30203 CARTAGENA (Murcia)

García Tendero, Cristina  
Inst. de Química Orgánica (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Recio Sánchez, María I.  
Inst. Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Codina Morell, Gemma  
Institut Químic de Sarrià  
Av. Institut Químic de Sarrià, s/n  
08017 BARCELONA

Casal Urcera, Vicente  
Inst. Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Rubio Hernández, David  
Inst. Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Puignou García, Lluís  
Dept. Química Analítica  
Universitat de Barcelona  
Diagonal, 647  
08028

Abrante García, Francisco Humberto  
S. Farmacología  
Fac. Ciencias Médicas, U. Las Palmas  
Dr. Pasteur, s/n.  
35016 Las Palmas de Gran Canaria

Ferreira González, Vicente  
Dpto. de Química Analítica  
Facultad de Ciencias. Univ. de Zaragoza  
50009 ZARAGOZA

Castellnou i Mompó, Angels  
CID-CSIC  
Jordi Girona, 18-26  
08034 BARCELONA

Pol Rigau, Olga  
Inst. Municipal d'Investig. Mèdiques  
Dr. Aiguàder, 80  
08003 BARCELONA

Minguillón Llombart, Cristina  
Lab. Química Farmacéutica  
Fac. Farmacia. U. Barcelona  
Diagonal, s/n  
08028 BARCELONA

Tello Díaz Maroto, Ana María  
Fisons Instruments, S.A.  
Avda. Industria, 32  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)

Marín García, Isabel  
Lueta, S.A.  
Apdo. 1112  
08080 BARCELONA

Mas Rodríguez, María Rosa  
CID-CSIC  
Jordi Girona, 18-26  
08034 BARCELONA

Riera i Torralba, Silvia  
Institut Químic de Sarrià  
Av. Institut Químic de Sarrià, s/n  
08017 BARCELONA

Rovira Guerin, María  
Institut Químic de Sarrià  
Av. Institut Químic de Sarrià, s/n  
08017 BARCELONA



# 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.

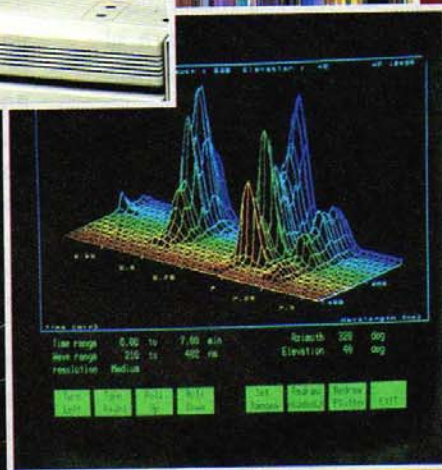
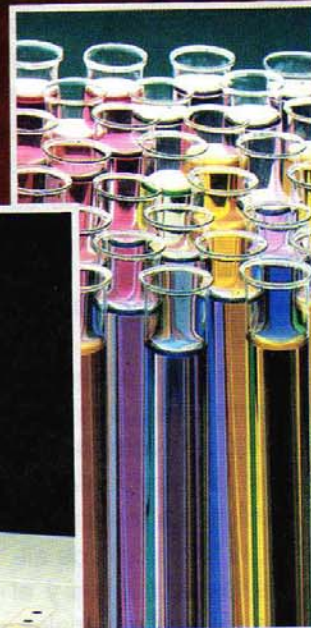
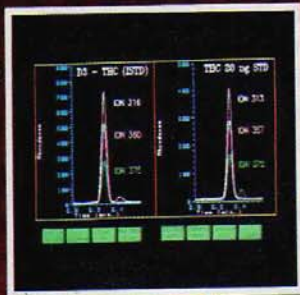
La gama de Instrumentación Analítica de Hewlett-Packard incluye las técnicas de:

- \* 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.





# Informaciones

## INFORME SOBRE LAS VI JAI

Las Jornadas de Análisis Instrumental (JAI), en su sexta edición, han continuado la línea ascendente que ha caracterizado las ediciones anteriores. Este año han acudido mayor número de congresistas (en torno a 500) y se ha presentado un número mayor de comunicaciones (420). Este hecho puede considerarse demostrativo de la acción sinérgica entre las JAI y el marco en que se desarrollan, la Expoquimia: Los profesionales del Análisis Instrumental consideran un aliciente adicional visitar la mayor exposición de instrumentación científica que se les ofrece en España. Por otra parte, los expositores han comprobado cómo, coincidiendo con la inauguración de las JAI, el número de visitantes a sus respectivos stands, y su cualificación profesional han aumentado de forma incuestionable. Todo ello se ha visto favorecido por la proximidad de ubicación entre las salas donde se celebraban las sesiones de las JAI y los locales dedicados a instrumentación de laboratorio.

No obstante, más importante que estas cifras pueden considerarse los siguientes hechos:

– El programa científico, elaborado de acuerdo a la contribución de los participantes, ha puesto de manifiesto que los temas de trabajo son coincidentes con las demandas de la sociedad. El mayor número de comunicaciones ha estado dedicado a temas relacionados con el medio ambiente, la tecnología de alimentos, el control de productos farmacéuticos y el análisis de fluidos biológicos, los nuevos materiales, etc... temas todos ellos de gran sensibilidad para el ciudadano. La presencia de destacados expertos internacionales en estos temas, invitados a pronunciar conferencias plenarias, ha enriquecido el contenido y la discusión científica.

– La confluencia de destacados grupos de investigación procedentes de las universidades, los organismos públicos de investigación y el sector industrial, que ha servido para constatar el alto nivel de la investigación en química analítica que se desarrolla en España actualmente y para establecer contactos entre grupos de los diferentes sectores que han encontrado en las JAI un punto de encuentro.

– La presencia masiva de jóvenes investigadores y profesionales de la química analítica que han tomado parte de forma muy activa en las discusiones científicas, tanto en las sesiones como en las discusiones informales frente a los carteles y en pasillos. Es notable el grado de ocupación de las salas durante las exposiciones orales y la gran afluencia de congresistas en torno a los carteles durante toda la jornada.

## ALGUNOS DATOS SOBRE LA EXPOQUIMIA 93

Fira de Barcelona acogió del 19 al 23 de octubre de 1993 una nueva edición de los certámenes Expoquimia, FERIA TÉCNICA de la Química Aplicada y Equiplast, Exposición de Máquinas-Equipos-Moldes para Plástico y Caucho, cuyos resultados finales superaron incluso las previsiones más optimistas de la organización, al haber registrado la cifra de 65.000 visitantes profesionales, nacionales y extranjeros.

Expoquimia, con 800 expositores directos y 1.500 indirectos, y Equiplast, con 250 directos y 200 indirectos, han ocupado un total de 90.000 metros cuadrados brutos, que representan 45.000 metros cuadrados netos, del recinto de Fira de Barcelona. Esta elevada participación de expositores permitió cubrir por completo el amplio campo de los sectores que abarcan los salones, ya que estuvieron presentes desde las materias primas a la biotecnología y las técnicas medioambientales, hasta todo el sector de la maquinaria para las industrias química, farmacéutica y transformadora de plástico y caucho.

El 53% de los expositores de Expoquimia'93 procedían del área de Barcelona; el 13,6% de área de Madrid; el 10,6% de otros lugares del Estado y 17,5% del extranjero. Alemania, con un 31%, es el principal país de procedencia de estos expositores extranjeros, seguido de Francia, con un 15,5% e Italia con un 14%. El sector que alcanzó una mayor representación (20,2%) fue el de los "bienes de equipo", seguido muy de cerca por el de "bombas, válvulas y compresores" con un 16,8% y el de "técnicas de laboratorio e instrumentación analítica" con un 15,8%.

Un 72,7% de estos expositores habían participado ya en anteriores ediciones; el 23,4% acudieron al certamen por primera vez y, del total de participantes, un 80,2% manifestaron su intención de volver en próximas ediciones. Por último, el 66% de los expositores consideró que había cubierto por completo sus objetivos y sólo un 17% manifestaron no haberlo logrado.

Por lo que respecta al perfil de los visitantes, el mayor porcentaje de los que acudieron a Expoquimia'93 fueron hombres (77,7%) esencialmente de edades comprendidas entre los 18 y los 30 años (un 41,9%); un 78,6% manifestaron haberse desplazado especialmente para acudir a este salón y un 6% de ellos lo hicieron desde el extranjero, fundamentalmente de Portugal (33,3%), Francia (15%), Alemania (8,9%) e Italia (6,7%); el 90,5% calificaron su visita de satisfactoria; el 7,3% de muy satisfactoria y solamente el 0,9% de poco satisfactoria. Se detectó un aumento en el grado de fidelidad de los visitantes, ya que el 77,7% de ellos manifestaron haber acudido al salón en anteriores ediciones, mientras que en 1990 este porcentaje fue del 71%. Finalmente, un 95,9% declararon que pensaban volver en la próxima edición.



## CALENDARIO DE ACTIVIDADES

### 25 Reunión Bienal de la Real Sociedad Española de Química

Tendrá lugar en Vitoria, del 25 al 29 de septiembre de 1994. El programa científico incluirá conferencias plenarias de interés general, así como la celebración simultánea de doce simposios, que a su vez, constarán de mesas redondas, conferencias específicas y comunicaciones. Los simposios serán:

1. Catálisis, adsorción e ingeniería de la reacción química.
  2. Cinética química y fotoquímica.
  3. Didáctica e historia de la química.
  4. Estado sólido.
  5. Estructura de la materia.
  6. Macromoléculas, coloides y reología.
  7. Operaciones básicas y procesos químicos industriales.
  8. Química agrícola y tecnología de los alimentos.
  9. Química analítica.
  10. Química inorgánica.
  11. Química orgánica y farmacéutica.
  12. Termodinámica química y electroquímica.
- Se establecerán becas para estudiantes de tercer ciclo que acompañen al director de su grupo de investigación.

Para más información, escribir a:

Secretaría de la XXV Reunión Bienal de Química.  
Facultad de Farmacia -01080 Vitoria-Gasteiz.  
Tel. 945 131 666. Fax 945 130 756.

\* \* \*

### III Simposio Internacional de metodología analítica en el medio ambiente

Tendrá lugar en Barcelona, del 23 al 24 de marzo de 1994, y está organizado por la Association of Environmental Sciences and Techniques, la Sociedad Española de Química Analítica, la Universitat Autònoma de Barcelona y la compañía Perkin-Elmer Hispania. En el comité científico figura Joan Albaigés, director general de Recerca de la Generalitat de Catalunya y miembro del GCTA.

El programa científico constará de conferencias plenarias, comunicaciones orales por invitación y carteles. **El plazo de admisión de comunicaciones finaliza el 10 de marzo de 1994.** Los idiomas del congreso serán español, francés e inglés, y tanto las conferencias como los carteles podrán expresarse en cualquiera de ellos.

A continuación se dan algunos detalles del programa:

#### Comité científico

– Víctor Cerdà, presidente de la Association of Environmental Sciences and Techniques - AEST (Chairman).

– Josep Tarradellas, vicepresidente de la International Association of Environmental Analytical Chemistry, IAEAC.

– Lucas Hernández, presidente de la Sociedad Española de Química Analítica.

– Joaquín Ros, subdirector General de Normativa y Relaciones Institucionales. Ministerio de Obras Públicas, Medio Ambiente y Vivienda.

– Joan Albaigés, director general de Recerca de la Generalitat de Catalunya.

– Marcelo Blanco, Universidad Autónoma de Barcelona.

– J.M. Madariaga, Universidad del País Vasco.

– Rosa Gómez, ITSEMAP Ambiental.

#### Programa.-Conferencia General

1. Metodologías analíticas para el estudio del cambio ambiental global. (Esp) J. Albaigés, director general de Recerca de la Generalitat de Catalunya.

#### Aire

2. Un ejemplo de balance de contaminación atmosférica. (Esp) M. Colom. Conselleria de Comerç i Indústria Govern Balear.

3. Programa REVIRA: un balance de la contaminación radiactiva en las islas Baleares. (Esp) M. Casas. Universitat de les Illes Balears (primer premio Mapfre II Symposium).

4. Dispersión de contaminantes atmosféricos en un día típico de verano sobre el área geográfica de Barcelona. (Esp) J.M. Baldasano. ITEM.

5. Hidrocarburos en aire urbano: metodología analítica. (Esp) Darío Prada. Universidade da Coruña.

6. Total reflexión X-Ray Analysis of Airborne Particulate Matter. (Ing) D. Klockenkämper. ISAS Dortmund.

7. Analytical-chemical techniques for the measurement of concentrations and turbulent deposition fluxes of acidifying compounds. (Ing) Paul Wyers. ECN Petten. Holanda.

#### Conferencia general

8. Normativa europea relacionada con el agua. (Esp) J. González Nicolás. Dirección General de la Calidad de Aguas.

#### Agua

9. Utilización de la técnica del PCR para la detección de virus en muestras ambientales. (Esp) R. Gironés. Universidad de Barcelona (segundo premio Mapfre II Symposium).

10. Análisis de compuestos prioritarios en aguas ambientales: estrategias de preconcentración en fase sólida y métodos on-line automatizados. (Esp) D. Barceló. CSIC Barcelona.

11. Notas sobre instrumentación analítica en las plantas de tratamiento de aguas. (Esp) J. Iza. Universidad del País Vasco.

12. Análisis por inyección en flujo secuencial y su aplicación a muestras de interés ambiental. (Esp) V. Cerdà. AEST.

#### Conferencia general

13. Las nuevas tendencias en la caracterización de residuos peligrosos. (Esp) R. Vicente Catediano. ITSEMAP Ambiental. Madrid.



### **Residuos y especiación**

14. Extracción con fluidos supercríticos. (Esp) M. Valcárcel. Dep. Química Analítica. Universidad de Córdoba.

15. Análisis de compuestos orgánicos volátiles en aguas y suelos mediante desorción térmica. (Esp) J. Grimalt. CID-CSIC Barcelona.

16. Desarrollo de estrategias analíticas para la especiación de compuestos órgano-estánicos en matrices ambientales mediante la aplicación de fluidos supercríticos. (Esp) J.M. Bayona. CID-CSIC. Barcelona.

17. Analytical chemistry and speciation of trace metals in the environment. (Ing) O.F.X. Donard. Lab. Photophysique et Photochimie Moleculaire. Univ. Bordeaux 1.

18. Especiación de metales pesados en suelos y sedimentos. (Esp) G. Rauret. Universitat de Barcelona.

### **Conferencia general**

19. Quimiometría ambiental. Gestión de las medidas contaminantes. (Esp) A. Quejido Cabezas. Dirección de Tecnologías Medioambientales. CIE-MAT.

### **Metodología analítica y gestión ambiental**

20. Análisis de dioxinas en materiales biológicos. Estado actual de las normativas comunitarias. (Esp) M.J. González Carlos. Unidad de Análisis Instrumental y Medio Ambiente. CSIC Madrid.

21. Aplicación de técnicas electroanalíticas para la determinación de compuestos orgánicos de interés toxicológico y ambiental. (Esp) J.M. Pingarrón. Universidad Complutense. Madrid.

22. Applications of ICP-MS in environmental analysis. (Ing.) P. Richner. Swiss Federal Laboratory for Material Testing (EMPA) Dübendorf.

23. Análisis por HRGC-MS de contaminantes orgánicos de las listas 1 y 2 de la directiva 76/464/CE. Puesta a punto de la metodología. (Esp) J. Caixach. CID-CSIC. Barcelona.

24. Gestión de calidad en los laboratorios de análisis químico del medio ambiente: implantación de las GLP. (Esp) J. Obiols. IQS. Univ. Ramón Llull.

Para más información, dirigirse a: Srta. Carmen Bartolomé. Tel. (91) 803 42 10. Fax (91) 804 04 14.

\* \* \*

### **II Forum Européen Sciences et Sécurité**

Tendrá lugar en Barcelona, del 30 de noviembre al 2 de diciembre de 1994.

El programa científico incluirá conferencias, comunicaciones orales y carteles, sobre temas de seguridad en los laboratorios. Para más información, escribir a:

II Forum Européen Sciences et Sécurité.  
Facultat de Química. Universitat de Barcelona.  
Diagonal, 647 - 08028 Barcelona.  
Fax 93-411 14 92.

\* \* \*

### **HLPC 94: 18 International Symposium on column liquid chromatography**

Tendrá lugar en Minneapolis, Minnesota (USA), del 8 al 13 de mayo de 1994.

Constará de workshops, conferencias plenarias, simposios y sesiones de discusión. Todas las comunicaciones enviadas se presentarán en forma de carteles. Habrá sesiones paralelas sobre teoría y fundamentos, automatización, tecnología de detectores específicos y aplicaciones. Se consideran de interés las aplicaciones bioquímicas y ambientales, la electroforesis, el fraccionamiento en flujo de campo, la quimiometría, inmunoafinidad, capa fina, optimización y técnicas acopladas. Para más información, escribir a:

Mrs. Janet Cunningham  
HPLC 94  
c/o Barr Enterprises  
P.O. Box 279  
Walkersville, Maryland 21793 USA.

\* \* \*

### **20th International Symposium on Chromatography**

Tendrá lugar en Bournemouth (Reino Unido) del 19 al 24 de junio de 1994. Constará de sesiones plenarias y sesiones de carteles. Las conferencias se distribuirán en los siguientes temas:

– Impacto de las Ciencias de la Separación sobre la Biotecnología Analítica.

D.E. Wells: "International quality management and validation issues for chromatography in environmental control" y K.H. Ballsmitter: "Strategies for sampling and sample pretreatment in global studies on organic pollutants by GC-MS".

– Aplicaciones industriales.

H. Colin: "Design of preparative separation techniques for industrial application" y R. Tijssen: "Advances in the separation of polymeric and particulate systems".

– Avances en tecnología de separaciones quirales.

W.A. König: "Novel GC systems for chiral separations" y W. Lindner: "Novel systems for chiral recognition in drug analysis".

– Técnicas de ordenador.

P. Myers: "New computers with graphic user interfaces for the design and validation of chromatographic methods".

– Aplicaciones en farmacia.

K.D. Altria: "Capillary electrophoresis in a quality control environment" y P. Sandra: "Fully automated capillary GC for the analysis of Pharmaceutical products".

– Aplicaciones clínicas y biomédicas.

E. Jellum: "Multidisciplinary approaches to clinical problem solving", J.K. Nicholson: "Innovative applications of high-field LC-NMR in bioanalysis" y T. Nakagawa: "The design of bioanalytical separations for drug and metabolism studies".



– Perspectiva de la ciencia de la separación en el siglo XXI.

J.H. Knox: "Separation science in the 21th century", B.L. Karger: "New frontiers in capillary electrophoresis", J.D. Henion: "The future role of hyphenated techniques in separation science" y F. Erni: "Future trends in separation science for the pharmaceutical industry".

Los reabajos presentados se publicarán en un volumen especial del *Journal of Chromatography*.

Para más información, escribir a:  
20th ISC Symposium Secretariat  
The Chromatographic Society  
Suite 4, Clarendon Chambers  
32 Clarendon Street  
Nottingham, NG1 5JD  
Reino Unido

\* \* \*

### **"ANATECH 94" 4th International Symposium on Analytical techniques for industrial process control**

Tendrá lugar en Mandelieu La Napoule, en la Costa Azul (Francia) del 10 al 13 de abril de 1994.

El simposio va dirigido a una audiencia interdisciplinar de químicos analíticos, ingenieros de proceso y especialistas en control y viceversa, sobre los últimos desarrollos en química analítica de procesos. Se hará énfasis sobre aspectos de seguridad, productividad e incidencia ambiental. Constará de las siguientes sesiones:

1. Overviews.
2. Probes, sensors and fiber optics.
3. Separation.
4. Spectroscopy techniques.
5. Probes, sensors and fiber optics (II).
6. Computers, chemometrics and models.
7. Spectroscopy techniques (II).
8. Environment and measurement.

y habrá también una exposición comercial.

Para más información, escribir a:

Phillipa Orme  
Elsevier Science Publishers Ltd.  
Mayfield House, 256 Banbury Road.  
Oxford OX2 7DH, Reino Unido.  
Fax: -44 (0)865 09 81

\* \* \*

### **International Symposium on preparative chromatography**

Tendrá lugar en Georgetown, USA, del 12 al 15 de junio de 1994, organizado por el profesor Georges Guiochon.

Para más información, escribir a:  
Mrs. Janet Cunningham  
PREP Symposium/Exhibit Manger  
c/o Barr Enterprises  
10120 Kelly Road, P.O. Box 279.  
Walkersville, Maryland 21793 USA  
Fax: -1-301898 55 96.

\* \* \*

### **International chemometrics research meeting**

Tendrá lugar en Veldhoven, Holanda, del 3 al 7 de julio de 1994. La reunión constará de conferencias sobre el estado actual de la quimiometría y sesiones de carteles. Los temas serán:

Diseño experimental, quimiometría y calidad, tratamientos, reconocimiento de estructuras, calibración y predicción, regresión no lineal e inteligencia artificial.

Habrá también una exhibición de programas quimiométricos de ordenador. Para más información, escribir a:

Dr. L.M.C. Buydens/Dr. S. de Jong  
Laboratory for Analytical Chemistry  
Faculty of Sciences  
Catholic University of Nijmegen  
Toernooiveld 1  
6525 ED Nijmegen, Holanda  
Fax -31-80 65 26 53

\* \* \*

### **III Colloquium Chimiometricum Mediterraneum**

Tendrá lugar en Bastia (Córcega), del 7 al 10 de junio de 1994. Los temas a cubrir incluirán:

Tratamiento de señales e imágenes, optimización de métodos y diseño experimental, técnicas multivariantes y análisis de datos, reconocimiento de estructuras, técnicas de validación de métodos, control de calidad, relaciones estructura-actividad, sistemas expertos y nuevas tendencias.

Todos los idiomas latinos serán considerados como lenguas oficiales. Resúmenes, comunicaciones orales y carteles podrán presentarse en cualquiera de ellos y en inglés. Los resúmenes, de menos de 300 palabras, deberán enviarse antes del 28 de febrero de 1994. Los trabajos se publicarán en *Analisis* o en *ChemLab*. Para más información, escribir a:

Chimie-Communication-Conseil  
68 Bd. du Port-Royal  
75005 París, Francia  
Fax -33-47 07 33 17



# Empresas colaboradoras

## PROTECTORAS

- FISONS INSTRUMENTS ESPAÑA  
Avda. de la Industria, 32, 3º  
Políg. Ind. de Alcobendas  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
  - 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, 15  
28034 MADRID
- IGODA, S.A. - MERCK  
General Martínez Campos, 41-3º  
28010 MADRID
- IZASA, S.A.  
Aragoneses, 13  
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
- MICROBEAM, S.A.  
Trobador, 43-45, bajos  
08026 BARCELONA
- MICRON ANALITICA, S.A.  
Antonia Ruiz Soro, 2  
28028 MADRID
- MILLIPORE IBERICA.  
DIV. CROMATOGRÁFICA 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 METÁLICOS  
Plaza de Cronos, 5  
28037 MADRID
- SUGELABOR  
Sicilia, 36  
28038 MADRID
- TEKNOKROMA  
Ctra. Cerdanyola, 71, 2º  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES  
(Barcelona)
- VARIAN-IBÉRICA, S.L.  
Avda. Pedro Díez, 25, 3º  
28019 MADRID



## Novedades técnicas

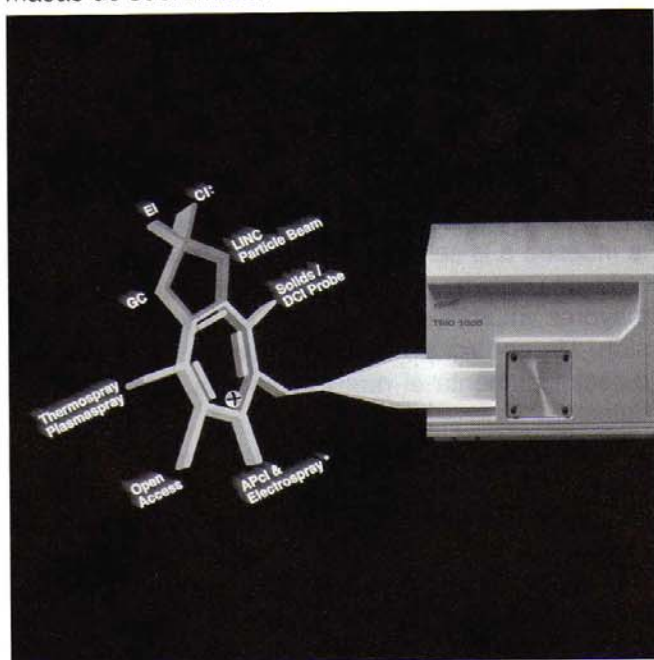
# FISONS Instruments

**Fisons Instruments introduce su último sistema de tratamiento de datos cromatográficos basado en Pc software SCHROM con sistema operativo en Windows NT. sistema forrado por:**

- Ordenador 486DX2  
16 Mb de RAM  
230 Mb de disco duro.  
Pantalla S.VGA.
- Sistema operativo en windows NT.
- Software XCHROM y server cromatográfico para control de cuatro canales cromatográficos

**Fisons Instruments incrementa las posibilidades del espectrómetro de masas TRIO1000.**

El TRIO1000 añade las nuevas interfases a presión atmosférica AP<sub>C</sub>I y electrospray. Esto convierte al TRIO1000 en el más versátil espectrómetro de masas de sobremesa.



– GC, EI, CI $\pm$ , particle beam, sonda de sólidos, sonda DCI, termospray, plasmaspray, AP<sub>C</sub>I electrospray y software open access.

**Mayor sensibilidad en el detector de masas de Fisons Instruments MD-800.**

Fisons Instruments anuncia la mejora en sensibilidad por impacto electrónico positivo en su detector de masas MD800.

La sensibilidad por impacto electrónico positivo hasta ahora definida como la relación señal/ruido de 10:1 ha sido incrementada y definida como: la inyección de 10 pg de hexaclorobenceno en una columna standar produce una relación señal/ruido de 50:1

(RMS) para un valor M/Z de 284 y una velocidad de barrido de 300 uma/seg.

**Fisons Instruments lanza un nuevo instrumento para la medida continua de compuestos orgánicos volátiles (VOC) en aire.**

Es bien conocido que los compuestos volátiles (VOC) juegan un importante papel en la formación fotoquímica del oxidante.

Sin embargo, sólo existen unas pocas medidas de orgánicos volátiles, principalmente expresados como la suma de hidrocarburos no metanos.

Debido a las diferentes reactividades de los VOC, el potencial de formación de los ozonos y la abundancia de los VOC en la atmósfera, es preferible analizar y cuantificar los hidrocarburos individuales.

Para ello, Fisons Instruments lanza un nuevo sistema que consiste en un cromatógrafo de gases equipado con un loop de muestreo y una trampa refrigerada por nitrógeno líquido colocada en el horno cromatográfico.

El sistema permite 24 horas de muestreo y el análisis de 25 hidrocarburos individuales en el rango C<sub>2</sub>-C<sub>9</sub>.

Si usted requiere más información no dude en contactar con nuestras delegaciones en Madrid, Barcelona, Sevilla y Bilbao.

Madrid: 91-661 06 42. Barcelona: 93-284 54 69.  
Sevilla: 95-453 61 37 Bilbao: 94-444 76 60.



**HEWLETT-PACKARD ENTRA EN EL MERCADO DE LA ELECTROFORESIS CAPILAR**

Hewlett-Packard anuncia el lanzamiento del sistema HP 3D de Electroforesis Capilar (CE), un sistema totalmente automatizado que incorpora un nuevo detector de diodos, de alta sensibilidad, diseñado para detección "en capilar"; y los capilares HP de paso de luz ampliado que aumentan la sensibilidad tres veces sobre los capilares directos, sin sacrificar por ello la resolución.





Algunas de las prestaciones y ventajas más relevantes del sistema de Electroforesis Capilar HP 3DCE son:

- Sensibilidad y rango de detección lineal. El nuevo detector de matriz de diodos "en-capilar" incorporado en el sistema de Electroforesis Capilar HP 3DCE realiza análisis cuantitativos y cualitativos de gran sensibilidad.

Los capilares de paso óptico ampliado de HP aumentan la sensibilidad tres veces respecto de los capilares directos.

- Automatización. El nuevo sistema automatiza desde la introducción de la muestra a la emisión del informe.

- Desarrollo de métodos. En cada análisis se pueden conseguir datos del espectro total (para la identificación y confirmación de los compuestos) y confirmación de la pureza de los picos.

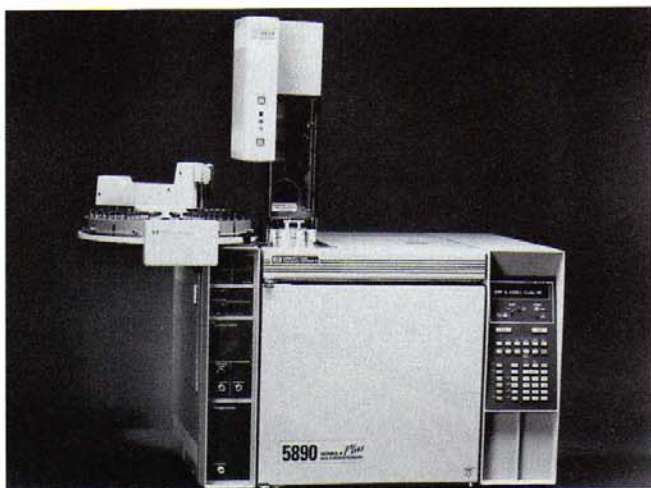
- Manejo de la muestra. Se puede acceder a cualquiera de los 48 viales del carrusel para el muestreo automático y la recogida de fracciones.

- Cambio de capilar y control de la temperatura. Los capilares pueden cambiarse en menos de dos minutos, con un mecanismo de auto-alineamiento que asegura que el capilar se coloca precisamente en el paso de luz del detector.

- Interfase del usuario. El sistema es controlado a través de una HP 3DCE ChemStation. Una interfase del usuario auto-explicativa guía al operador, paso a paso, a través de los procedimientos de operación y le muestra la situación del análisis en tiempo real.

- Rango de aplicaciones. En sus comienzos, la electroforesis capilar fue considerada adecuada, principalmente, para el análisis de micromoléculas biológicas. El sistema HP3DCE, sin embargo, es adecuado también para la separación de compuestos tales como aminoácidos, drogas quirales, vitaminas, pesticidas, iones inorgánicos, ácidos orgánicos, tintes, tensoactivos, péptidos y proteínas, carbohidratos y fragmentos de restricción DNA, células completas y partículas de virus.

## EL NUEVO CROMATÓGRAFO DE GASES HP 5890 SERIE II PLUS EQUIPADO CON SEIS CANALES DE CONTROL ELECTRÓNICO DE PRESIÓN



Hewlett-Packard anuncia la introducción del nuevo HP 5890 Serie II *Plus*, la última versión de este instrumento que ofrece mayores prestaciones en cuanto a control electrónico de la presión. La suma de cuatro canales auxiliares a los dos ya existentes proporciona un control digital preciso de todos los gases del GC, tanto para inyectores como para detectores.

La disponibilidad de los seis canales EPC pone al alcance de los usuarios del HP 5890 Serie II *Plus* el mismo nivel de programación digital y la misma facilidad de control de flujos de gases que los obtenidos utilizando el control del horno de columnas. Ello trae como resultado un mejor rendimiento y una mayor precisión del GC, más productividad y menores costes operativos.

Dos canales del EPC están dedicados a los inyectores y operan de formas diferentes, incluyendo presión constante, flujo constante en columnas capilares, programación de la presión y compensación del vacío para su utilización con espectrómetros de masas. Los cuatro canales auxiliares del EPC pueden ser utilizados para optimizar el rendimiento en una variedad de aplicaciones. Proporcionan control sobre los gases portadores, los gases reactivos, el gas auxiliar y combustibles del detector. Controlan también los flujos procedentes de los dispositivos de introducción de muestra, por ejemplo, el muestreador de espacio de cabeza HP 7694 o el "purge and trap".

**Un control digital preciso con EPC aumenta el rendimiento del GC:** La programación de la presión puede reducir la discriminación y la descomposición de la muestra mediante el control del volumen de expansión; y puede facilitar la transferencia eficaz de la muestra a la columna. Ello puede traer como resultado una mayor sensibilidad, permitiendo inyectar mayores volúmenes de muestra en inyección sin división. Un control preciso del flujo de los gases del detector aumenta el rendimiento y la estabilidad del detector.

**El EPC mejora la productividad del GC y reduce costos:** El EPC reduce los tiempos de retención, baja las temperaturas de elución y reduce el estrés térmico en las columnas. Aumenta también la productividad del sistema, programando la presión en cabeza de columna a compensar para aumentar la viscosidad del gas durante un programa de temperatura del horno.

El EPC permite también una transferencia más rápida y más eficaz de la muestra procedente de los dispositivos de muestreo externos (por ejemplo, el muestreador de espacio de cabeza HP 7694). Con el EPC el operador invierte menos tiempo en la puesta a punto de métodos, con lo que el instrumento, en general, resulta más fácil de utilizar. El sistema puede reprogramarse a parámetros anteriormente almacenados de forma rápida y fácil.

El EPC reduce gastos, disminuyendo automáticamente la velocidad del flujo de los reactivos, gases portador y combustible, todos ellos muy caros, durante los periodos de reposo. El modo "economizador de



gas" del EPC reduce el consumo de gas portador durante las horas en que no está en funcionamiento el equipo y controla el flujo de la válvula de división.

Si se utiliza con una ChemStation HP 3365 Serie II (revisión 3.33), se dispone de control de punto único en todos los parámetros del GC, incluyendo la relación de división y del flujo de la válvula correspondiente.

**El EPC mejora la reproducibilidad y el cumplimiento de las GLP:** El control digital que proporciona el EPC significa que cada análisis cromatográfico se realiza bajo las mismas condiciones. La reproducibilidad es, por tanto, mejor análisis a análisis, instrumento a instrumento, operador a operador.

Todos los parámetros del GC son archivados automáticamente y la posibilidad de realizar un seguimiento de los datos y de las condiciones del análisis ayuda al laboratorio a cumplir con las GLP.

**Automatización GC total:** El HP 5890 Serie II Plus con seis canales de EPC, combinado con el inyector automático HP 7673 y la ChemStation HP 3365 Serie II, constituye un sistema GC totalmente automático tanto para investigación como para control de calidad. Tiene, pues, un amplio rango de aplicación en áreas tales como petroquímicas, industrias alimentaria y de productos farmacéuticos, laboratorios de medio ambiente y otras muchas en las que se precisa una cromatografía de gases totalmente automatizada.

Hewlett-Packard Española, S.A.

Ctra. N-VI, Km. 16,500.

28230 Las Rozas de Madrid.

Instrumentación e Informática Química.

Tels.: (91) 626 15 00 - Dpto. Ventas.

(91) 626 15 01 - Dpto. Soporte.

Télex: 23515. Fax: (91) 626 18 30.

*Hucoa-Erlöss s.a.*

## NUEVO CROMATÓGRAFO DX-500. DIONEX

Dionex representada en España por Hucoa-Erlöss, presenta el nuevo cromatógrafo DX-500 (cromatografía iónica + HPLC).

Con la incorporación del nuevo cromatógrafo DX-500, Dionex amplía su gama de equipos analíticos de laboratorio, compuesta por los cromatógrafos DX-100, DX-300, los equipos de electroforesis capilar CES-I así como el extractor SFE-723 con fluido supercrítico y el cromatógrafo de fluidos supercríticos SFC-600.

El diseño modular de la serie DX-500 hace posible compaginar distintos módulos con lo que podemos configurar un equipo para cualquier aplicación de cromatografía iónica o HPLC.

En la serie DX-500 se pueden usar tanto bombas isocráticas como de gradiente cuaternario, con caudales a partir de 0,01 ml/min. lo que permite usarlas

tanto en aplicaciones con columnas Microbore como con columnas standards.



Tanto las bombas como los módulos y accesorios que componen la serie DX-500 están contruidos con materiales, que las hacen compatibles tanto con elu-yentes corrosivos de cromatografía iónica, como con cualquier disolvente de HPLC.

La conjunción del nuevo detector de conductividad CD20, de alta sensibilidad con la nueva columna de autosupresión proporciona un sistema de detección cien veces más sensible que cualquier otra para el análisis de iones.

Además de este detector de conductividad, Dionex ofrece una amplia gama de detectores entre los que se incluyen los de UV/VIS, electroquímicos, que combinan conductividad y amperometría de pulsos, fluorescencia, etc.

Para completar la nueva serie DX-500 Dionex, ha desarrollado la más moderna estación de datos del mercado Peaknet, que permite la adquisición y tratamiento de toda la información proveniente del equipo así como la completa automatización del mismo.

Dionex está representada en España por Hucoa Erlöss, Paseo de la Castellana, 241, 28046 Madrid, teléfono 91/733 72 12.

Avda. Mare de Deu de Montserrat, 150-152.

08026 Barcelona. Tel. 93/456 27 00.

Avda. Héroes de Toledo, 5.

41006 Sevilla. Tel. 95/492 00 41.

Villa de Plencia, 30, bajo.

48930 Las Arenas (Vizcaya). Tel. 94/463 38 11.

## PERKIN-ELMER

### TURBO LC PLUS

**Mayor potencia, mayor control, para un laboratorio más integrado**

Con Turbo LC Plus, el límite es la imaginación. Este sistema vanguardista le proporciona la potencia sinigual del nuevo Turbochrom-4 (el estándar indus-



trial en tratamiento de datos cromatográficos), combinado con los módulos HPLC más fiables del mercado, además de la calidad garantizada del servicio de Perkin Elmer.

Turbo LC Plus no sólo le permite el control total desde un PC de su sistema HPLC Perkin Elmer, sino que potencia toda la cromatografía de su laboratorio.

Le proporciona flexibilidad para conectar hasta ocho cromatógrafos (LC o GC) mediante unas interfaces inteligentes, que garantiza seguridad total a sus datos.

Más aun, le ofrece más herramientas para hacer mejor su trabajo. Desde una rápida puesta en marcha a la edición gráfica de métodos, pasando por informes personalizados y conexión a redes de ordenadores.

El menú principal ("Turbochrom Navigator") le permite un acceso rápido y fácil a cualquier punto del software, pulsando simplemente sobre iconos (entorno Windows 3.1).

Cada método incluye todos los parámetros instrumentales y de tratamiento de datos. El programa permite elaborar informes S.S.T. (idoneidad del sistema) y de validación de interfases. Por todo ello, cumplir normas GLP/GMP no puede ser más fácil.

Mediante programas opcionales como "Turbo Methods Development" (optimización de métodos), "Turbo Simulation" (Simulación de Cromatogramas) y GPC (determinación de pesos moleculares), el sistema Turbo LC Plus cubrirá todas sus necesidades actuales y de futuro. Incluso le facilitará la integración de todo su laboratorio bajo un entorno LIMS, mediante el programa de cuarta generación SQL\*LIMS DE PENelson.

Sentirá en sus manos la gran potencia de Turbo LC Plus, con la tranquilidad que proporciona saber que todos los productos Perkin Elmer se fabrican cumpliendo normas ISO 9001.

## Nuevos inyectores

Inyector programable Split/Splitless (PSS).

– Modos de trabajo: Inyección en frío: Split, Splitless. Inyección en caliente: Split, Splitless. Inyección On-column.

– Características: Control de presión. Programación de temperatura en oven tracking. Dos rampas, tres plateaux. Temperatura máxima 500 °C. Enfriamiento por ventilador. Utilización de jeringa clásica. Posibilidad inyector automático. Temperatura subambiente.

Inyector on-column programable (POC):

– Modos de trabajo: Inyección en frío. Inyección con programaciones de temperatura iguales al PSS.

– Características: Control de flujo (constante durante programación de temperatura). Programación de temperatura. Enfriamiento con ventilador. Utilización de jeringa clásica. Posibilidad inyector automático. Temperatura subambiente.

## Aplicaciones PSS

Modo	Liner	Aplicación
Pss Split	Standar	Muestras concentradas
Pss Split	Unpacked	Sólidos
Pss Splitless	Standar	Soluciones nivel trazas
Purga solvente		Componentes de baja volatilidad en solvente volátil
Split calentado	Standar	Muestras donde no hay descomposición ni discriminación térmica
Splitless calentado	Standar	Mismo criterio anterior muestras nivel trazas
On-column-frío	On-column	Soluciones nivel trazas no discriminación térmica
On-column-caliente	On-column	Soluciones nivel trazas no importante discriminación ni descomposición
Preconc. soluto	Packed	Grandes volúmenes inyección, muestras nivel de trazas
Preseparac. soluto	Packed	Soluciones nivel de trazas. Preseparación comp. no deseables

Perkin Elmer es el fabricante líder en el mundo de instrumentos analíticos y tecnología de materiales.

Perkin Elmer Hispania, S.A.

Dpto. Marketing

General Vives, 25-27

Tel.: 93-212 22 58

# BECKMAN

INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

## NOVEDADES BECKMAN EN ELECTROFORESIS CAPILAR PRESENTADAS EN EXPOQUIMIA 93

### Detector Diode Array Modular para P/ACE 5510

Beckman, líder mundial en Electroforesis Capilar (CE) anuncia la introducción de un nuevo Detector Modular Diode Array para su sistema de Electroforesis Capilar P/ACE 5510 que complementa su gama de detectores ya existentes: Ultravioleta Visible, LIF (Fluorescencia Inducida por Láser) y acoplamiento CE/MS.

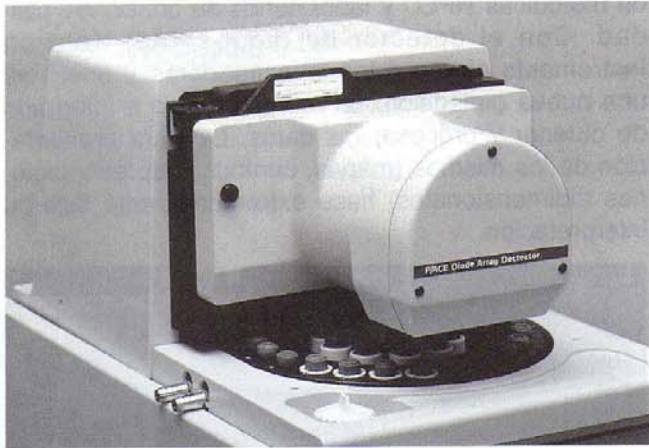
Este nuevo detector de muy elevada sensibilidad (ruido inferior a 10<sup>-5</sup> UA) ofrece una excepcional resolución espectral (1 nm/fotodiodo) en un amplio rango de longitudes de onda de 190 a 600 nm. Incorpora un nuevo diseño óptico que incrementa y focaliza la luz generada por una nueva lámpara de Deuterio de alta energía, directamente sobre el capilar y recoge mediante fibra óptica la luz que atraviesa el capilar conduciéndola a la red holográfica de alta



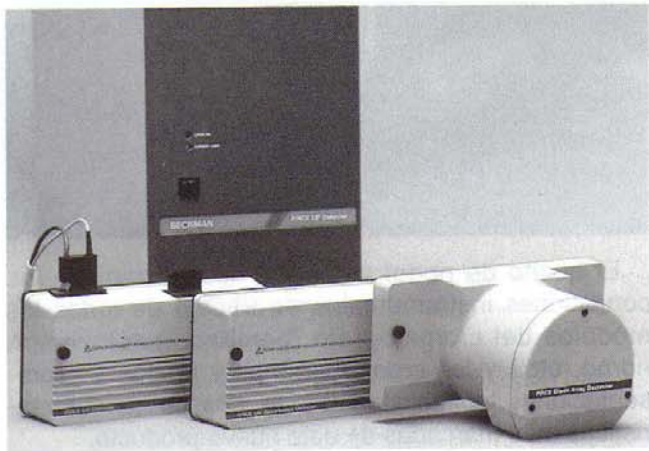
resolución que la dispersa a un conjunto de 512 fotodiodos.

Esta extraordinaria óptica de nuevo diseño está complementada con las nuevas prestaciones del Software System Gold ofreciendo para Electroforesis Capilar: Pureza de pico en Tiempo Real, deconvolución de espectros QuickRes, mapas de Isoabsorbancias y Tridimensional Arrayview, Suitability test, comparación de espectros con librería, derivadas (hasta la quinta), etc.

Podemos decir que no existe una oferta actual en Electroforesis Capilar que iguale a la de Beckman que confirma su sólida posición de líder mundial en Electroforesis Capilar.



P/ACE 5510 CON DAD.



Detectores modulares para P/ACE 5510.

### Nuevos kits para Electroforesis Capilar de Beckman

• **SDS Gel para P/ACE 5510**, la alternativa ideal a la electroforesis de proteínas en "Slab Gel" proporcionando mucho mayor rapidez y resolución que las técnicas tradicionales. A través del Software System Gold nos permite de forma rápida y automática el cálculo de pesos moleculares. Existen los tres rangos siguientes de pesos moleculares:

SDS GEL 200	MW	20.000 a 200.000
SDS GEL 60	MW	10.000 a 60.000
SDS GEL 20	MW	1.000 a 20.000

• **KIT e CAP ss DNA 100** para la separación de oligonucleótidos sintéticos de hasta 100 bases.

• **KIT e CAP Gel ds DNA 1000** para la separación de fragmentos de DN A amplificados por PCR y fragmentos de DNA obtenidos por enzimas de restricción de hasta 1.000 pares de bases.



eCAP SDS 200 KIT.

Para cualquier información adicional contactar con:  
 Beckman Instruments España, S.A.  
 Avda. del Llano Castellano, 15.  
 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.

## MERCK

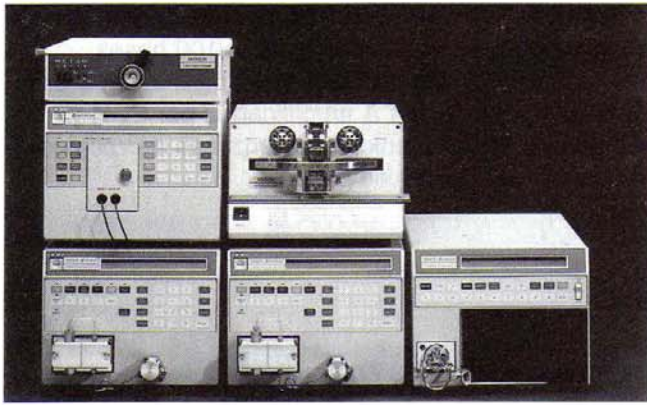
Recientemente ha tenido lugar en Barcelona la celebración de Expoquimia 93, certamen en el que Merck, como fabricante de reactivos y productos de reconocida calidad, ha querido estar presente una vez más con un doble objetivo: renovar su compromiso con la calidad e incrementar su política de servicio.

La calidad en los productos ha encontrado expresión adecuada en los ya históricos boletines de garantía de los reactivos para análisis, y ha sido recientemente reconocida con la certificación ISO 9001, siendo Merck el primer fabricante europeo de reactivos que recibe la misma para todas las unidades de producción de la división química.

La política de servicio ha sido siempre una de las principales preocupaciones en Merck, por lo que hemos prestado considerable atención a la disponibilidad de una completa información técnica, a la rapidez en los plazos de entrega y a la existencia de un programa lo más completo posible.

Es precisamente esta última razón, la que nos ha llevado a estar representados en Expoquimia 93 no sólo con el mayor stand de toda nuestra historia en España, sino con un programa que nos permita afrontar las futuras necesidades del mercado dentro del marco de calidad y servicio enunciado anteriormente.



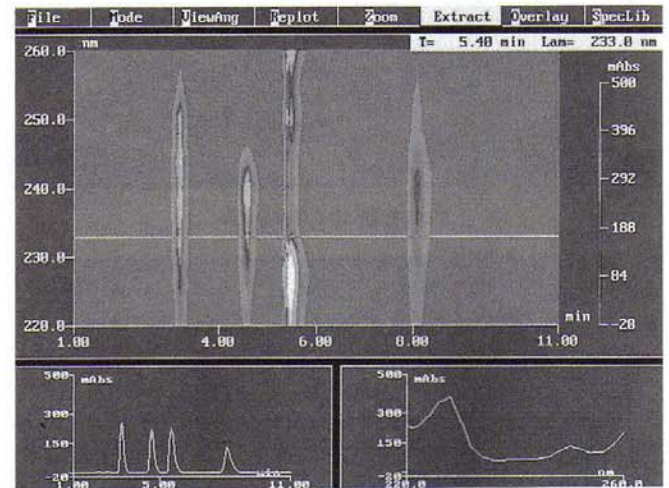


**Nuevo sistema Diode Array 440 con Datasystem 450 Kontron Instruments**

Kontron Instruments ha presentado recientemente el nuevo software para el detector de diodos 440 que combina la alta resolución (512 diodos) y la alta sensibilidad ( $2,5 \times 10^{-5}$  UA) de este con las reconocidas ventajas respecto a la integración y control del Data System Kontron 450.

La detección mediante un detector diode-array es el método de elección para investigación, desarrollo de métodos HPLC y laboratorios de control de calidad. Con el detector de diodos 440, Kontron Instruments ofrece a los investigadores y analistas una nueva dimensión, un método lógico e integrado de obtener y procesar los datos. La clara presentación de los mismos (mapas, contour y representaciones tridimensionales) hace extremadamente fácil su interpretación.

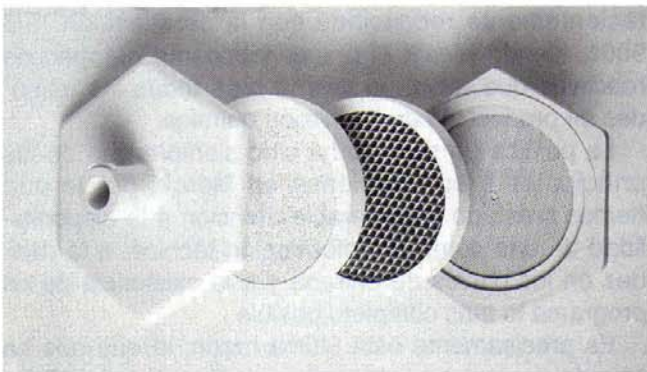
Dentro del área de cromatografía y técnicas de separación, se presentaron novedades en el campo del medio ambiente relacionadas con columnas específicas para el análisis de hidrocarburos poliaromáticos policíclicos en aguas. Asimismo, Merck presentó una unidad para extracción automática "on-line" en fase sólida adaptable a cualquier equipo de HPLC del mercado, y que encuentra aplicación en técnicas de "clean-up" y de enriquecimiento selectivo. Columnas LiChrolut® para extracción manual en fase sólida y el nuevo fluorímetro programable F-1080 para HPLC fueron los productos más novedosos relacionados con el medio ambiente. En el campo farmacéutico, y dentro de la preocupación por el cumplimiento de normativas GLP, Merck mostró sus equipos de HPLC LiChroGraph equipados con el nuevo detector de diodos L-4500 y el inyector robótico AS-4000, así como las columnas EcoCART® que reducen notablemente el consumo de disolventes, Purospher® que permiten el empleo de fases móviles neutras sin aditivos y ChiraDEX® para la separación de compuestos quirales. La presencia de la amplia gama de productos e instrumentos para TLC y HPTLC en forma de aplicadores, pulverizadores, cubetas y fotodensitómetros completó la oferta en esta sección. Finalmente es destacable, la presencia de jeringas Exmire con émbolo flexible para GC y HPLC, así como la amplísima gama de productos Whatman para filtración de muestras difíciles como Anotop Plus.



El hecho de poder ver en la misma pantalla las condiciones instrumentales de trabajo de todos los módulos del cromatógrafo (bombas, autoinyector, horno, etc.) y los cromatogramas y mapas y representaciones tridimensionales, es una de las características más marcadas de este nuevo producto.

La edición de Librerías de Espectros y la búsqueda espectral en ellas de los compuestos analizados, calculando sus factores de correspondencia se realiza mediante sofisticados algoritmos que comparan los espectros de la misma manera y con los mismos criterios que lo haría el propio cromatografista. Asimismo, se pueden calcular las derivadas de los espectros para fijar un grado de confianza extra o superior respecto a la pureza de los picos o la calidad de la separación cromatográfica.

El cálculo específico de pureza de picos es una característica generalmente necesaria cuando se realizan análisis cuantitativos en procesos de control de calidad o de desarrollo de métodos. El conjunto detector de diodos 440 y datasystem 450 permite cálculos tipo ratio y determinación de pureza. La evalua-



Para obtener mayor información sobre cualquiera de los productos citados anteriormente, puede dirigirse a nuestras Delegaciones o bien la Div. Reactivos (093) 570 57 50, ext. 409.



**NUEVO CROMATOGRAFO LIQUIDO**

 **DIONEX**

**UNA NUEVA GENERACION  
DIONEX DX-500**

**IC  
+  
HPLC**



✓ **Configuración Modular**

✓ **Nuevo Diseño de los Detectores**

✓ **Paneles de Mandos con Pantalla Individual**

✓ **Acceso Frontal a la Electrónica y Circuitos de Fluídos**

✓ **Interfase de Comunicación con el PC de Alta Velocidad**

✓ **Bombas de Perfecto Funcionamiento**

*Adaptable a cualquier aplicación de CI ó HPLC*

*Mayor sensibilidad*

*Facilidad de control de los parámetros cromatográficos*

*Facilidad de Montaje y Mantenimiento*

*Monitorización en Tiempo Real. Transferencia Digital de Datos. Diagnóstico Inteligente de Operación y Fallos*

*Flujos Precisos, sin Pulsos*

**(91) 733 72 12  
Ext. 25**

**PARA  
ATENDER  
CONSULTAS  
DE APLICACION  
DIONEX.**

**SOLICITE FOLLETO  
POWERFUL SOLUTION**

 **Huccoa-Erlöss**

ESPAÑA

28046 MADRID PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL: (91) 733 72 12 (6 LINEAS). FAX: 314 19 04. TELEX: 23655  
08026 BARCELONA C/ MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150 - 152. TEL: (93) 456 24 00 / 456 78 05. FAX: 456 48 88  
41006 SEVILLA AVDA. HEROES DE TOLEDO, 5 - 2º B. TEL: (95) 492 00 41 / 492 00 78. FAX: 492 10 04  
48930 LAS ARENAS (BILBAO) VILLA DE PLENCA, 30 BAJO. TEL: (94) 463 38 11 / 463 37 34. FAX: 463 92 18  
46110 GODELLA. (VALENCIA) C/ MANUEL TOMAS, 5. TEL: (963) 63 72 38

PORTUGAL

1200 LISBOA RUA DE S. PAULO, 62. TEL: (351-1) 346 15 81. FAX: (351-1) 342 88 10



# **EXTRACTOR CON ADICION DE MODIFICADORES SFE - 723**



**La Extracción con Fluidos Supercríticos está reemplazando rápidamente y con ventaja a la extracción Soxhlet, como, método de preparación de muestras en un amplio campo de aplicaciones como:**

- ✓ **MEDIO AMBIENTE:** TRPH, diesel en suelos, BTEX, PAHS, PCBs incluyendo dioxinas, pesticidas, herbicidas, explosivos.
- ✓ **ALIMENTOS:** Grasas, aceites, aromas, nutrientes y contaminantes.
- ✓ **PETROQUIMICA:** Aditivos de polímeros, aditivos para siliconas, lixiviados, tensoactivos, ...
- ✓ **INDUSTRIA FARMACEUTICA:** Productos activos de parches transcutaneos, medicamentos en tejidos, impurezas en materias primas, aditivos, antimicrobianos, esteroides, ...
- ✓ **INDUSTRIA TEXTIL:** Aditivos, grasa de lana, acabado de fibras, ...

**(91) 733 72 12  
Ext. 25**

**PARA  
ATENDER  
CONSULTAS  
DE APLICACION  
DIONEX.**



**SOLICITE FOLLETO  
POWERFUL SOLUTION**

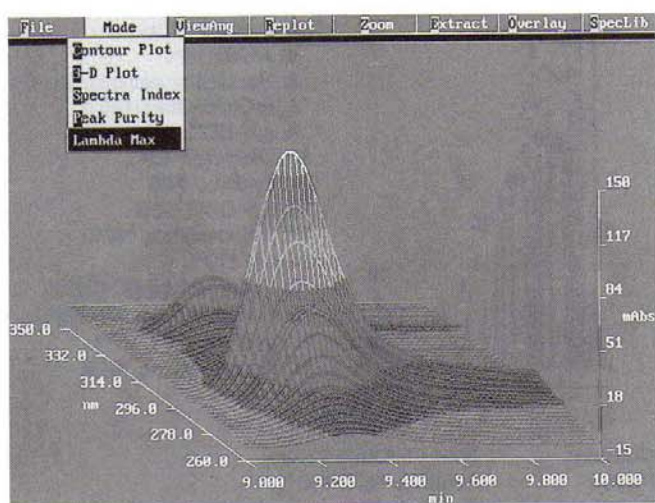




ción de la pureza a lo largo del recorrido del pico se muestra gráfica y numéricamente.

Una de las características diferenciales de este nuevo sistema es el Spectra Index, que captura automáticamente hasta siete espectros en distintas zonas del pico cromatográfico, ahorrando así una importante cantidad de memoria. Y muchas veces, cuando se tienen numerosas y múltiples muestras, los datos ocupan bastante espacio en el disco duro del ordenador; pensando en ello, Kontron Instruments ha dispuesto la posibilidad de un autoborrado (si el usuario así lo programa) de todos los datos innecesarios, almacenando sólo los precisos para el análisis y su futuro reprocesado.

Las representaciones tridimensionales, clásicas en detección diode-array, también tienen en este equipo un tratamiento especial, como, por ejemplo, la posibilidad de cambiar el ángulo de visualización o extraer de allí espectros o cromatogramas.



En otras muchas aplicaciones lo que resulta esencial es poder efectuar una detección multicanal UV-VIS. En el modo "Multi Wavelength", el detector 440 puede mostrar múltiples cromatogramas, hasta nueve, en los que se programa en cada uno, individualmente, longitud de onda, escala y ancho espectral, incluso con variaciones de estos parámetros en el tiempo de análisis.

### Nuevo software de validación para los espectrofotómetros UV-VIS Uvikon

La necesidad de validar periódicamente las condiciones instrumentales de los equipos y así comprobar que se hallan en perfecto uso es una necesidad en cualquier laboratorio y, en particular, de control de calidad.

Kontron Instruments presenta un nuevo software para chequear y validar, mediante varios tests individuales o sucesivos los espectrofotómetros UV-VIS Kontron, Uvikon serie 900. Las comprobaciones que dicho software efectúa automáticamente son las siguientes:

1. Precisión y exactitud de las longitudes de onda. Patrón: perclorato de holmio.
2. Precisión de absorbancias. Patrón: dicromato potásico.

3. Límite de luz parásita (stray light). Patrón: cloruro potásico.

4. Resolución espectral (poder de resolución). Patrón: tolueno en hexano.

Dicho software es totalmente compatible con los espectrofotómetros Uvikon 931, 941 y 941 plus y su manejo extremadamente sencillo.

### Una nueva dimensión en los análisis HPLC: nuevos softwares de validación de métodos cromatográficos y de idoneidad y evolución de los resultados (suitability test)

Antes de que cualquier método analítico se pueda utilizar en un laboratorio de control de calidad, la normativa GLP exige la evaluación de la precisión, exactitud, linealidad, selectividad, límites de detección y cuantificación, y robustez, estando definidas las reglas y modo de realizar una validación completa por los organismos FDA o similares.

Kontron Instruments ha desarrollado y ahora mejorado el software Validat según la normativa de la USP y FDA, que calcula automáticamente los parámetros citados, con un importante ahorro de tiempo. El informe obtenido en impresora incluye los cálculos, gráficos y comentarios de cada método validado.

Por otra parte, el system suitability test o software de idoneidad y evolución de los resultados, de Kontron Instruments, complementa perfectamente al software anterior. En él se establecen límites de permisividad respecto a cada parámetro cromatográfico y cada resultado es permanentemente chequeado si se halla o no dentro de esos límites: tiempo de retención absoluto y relativo, resolución, número de platos, simetría, repetitividad, precisión del método, precisión del sistema y límites de detección y cuantificación.

Además, se pueden obtener representaciones gráficas de cada parámetro, viéndose así muy fácilmente la evolución o tendencia del mismo.

Para una información más detallada contacten con nuestras oficinas centrales en:

Kontron Instruments, S.A.

Salvatierra, 4 - Tel. 358 18 35 -28034 Madrid.

Narcís Monturiol, 2, 2º, 1ª - Tel. 473 74 44 - 08960 Sant Just Desvern (Barcelona).

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

CROMATOGRAFIA (GASES, HPLC, ODF...)

ESPECTROSCOPIA  
(AA, IR, UV-VIS, NMR)

PATRONES Y  
REACTIVOS

MATERIAL  
ALUXILIAR

**KROMXPEK**  
KROMXPEK ANALITICA, S.A.

#### a) MATERIAL CONSUMIBLE

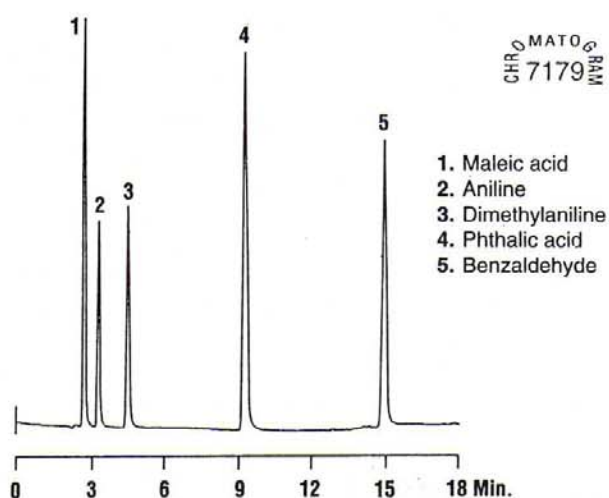
**Alltech.** Disponible el nuevo catálogo #300 de cromatografía. Este catálogo consta de 800 páginas, tratándose de una verdadera obra maestra de los productos más vendidos en cromatografía. Solicítelo.



**Alltima.** Nuevo relleno para HPLC que permite analizar compuestos ácidos, básicos y neutros en una sola inyección. Este relleno de base sílica muy inerte y con un doble tratamiento de "endcapping" (neutralización de los grupos silanol libres) proporciona picos simétricos o sin necesidad de añadir modificadores amino o reactivos de par iónico a la fase móvil.

Desarrollado para aplicaciones especiales o para uso general, este es un relleno mecánicamente más fuerte y más eficaz que los rellenos poliméricos. Estas ventajas, sumadas al sistema de columna CAP (pistón continuamente ajustable) que elimina las vías preferentes de fase móvil y los vacíos en cabeza de columna, proporcionan una columna de elevada eficacia y muy larga vida. Disponibles distintas fases como: C18, C8, fenil, ciano, amino y sílica.

### Acids, Bases and Neutrals



1. Maleic acid
2. Aniline
3. Dimethylaniline
4. Phthalic acid
5. Benzaldehyde

**Column:** 250mm x 4.6mm  
**Packing:** Alltima C18, 5 $\mu$   
**Mobile Phase:** A: 0.05M Potassium phosphate, pH 2.5  
 B: Methanol  
**Gradient:** (T, %B), (0,30),(4,30),(15,70),(20,70),(25,30)  
**Flowrate:** 1.0mL/min  
**Detector:** UV at 254nm

**S.G.E.** De nuestra representada, introducimos el rango de microjeringas para cromatografía capilar. Con la inyección en "split", se puede aumentar la reproducibilidad y reducir la discriminación disminuyendo el volumen de inyección. Esta posibilidad también reduce la probabilidad del "flashback" en la inyección debido a la expansión de vapor en el inyector caliente.

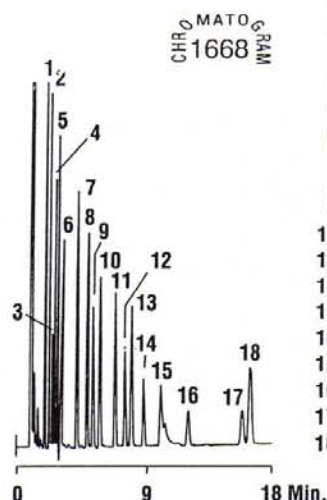
El factor limitante para reducir el volumen de inyección en el pasado era la obtención de inyecciones reproducibles utilizando jeringas de 5  $\mu$ l y 10  $\mu$ l. Así, actualmente las jeringas con el émbolo en la aguja con volúmenes de 5  $\mu$ l, 1  $\mu$ l y 0,5  $\mu$ l, permiten la inyección de volúmenes, con una aceptable reproducibilidad, tan pequeños como 0,1  $\mu$ l, siendo así ideales para todo tipo de inyección capilar. La capacidad de estas jeringas es tan pequeña que toda la muestra queda en la aguja de la jeringa. El émbolo llega hasta la punta de esta aguja de forma que durante la inyección este desplaza toda la muestra.

**Extracción en fase sólida. Extract-Clean Hi-Flow C18.** Nuevo relleno que se incorpora a nuestra línea de productos de extracción en fase sólida. Fabricado en base sílica con tamaño de partícula de 100  $\mu$  y poro de 60 A y disponible en formato Extract-Clean. El mayor tamaño de partícula permite flujos más elevados, convirtiéndose así en un producto ideal para muestras de gran volumen (> 100 ml). Flujos de 20 ml/min son comunes, permitiendo la extracción de 100 ml de muestra en 5 minutos.

### Chlorinated Pesticides, 1ppb, Extracted Using Extract-Clean Hi-Flow C18

#### Chlorinated Pesticides Recovery (as % Standard)

1.  $\alpha$ -BHC, 104%
2. Lindane, 109%
3.  $\beta$ -BHC, 106%
4. Heptachlor, 92%
5.  $\delta$ -BHC, 110%
6. Aldrin, 98%
7. Heptachlor epoxide, 107%
8.  $\alpha$ -Endosulfan, 105%
9. p,p'-DDE, 79%
10. Dieldrin, 102%
11. Endrin, 104%
12. p,p'-DDD, 92%
13.  $\beta$ -Endosulfan, 103%
14. p,p'-DDT
15. Endrin aldehyde, 102%
16. Endosulfan sulfate, 103%
17. Methoxychlor, 99%
18. Endrin ketone, 104%



**Column:** 20m x 0.53mm x 0.25 $\mu$   
**Phase:** Pesticide NON-PAKD™  
**Temp:** 210°C (ECD)  
**Linear Velocity:** Helium, 35cm/sec

**Cydex-B. Análisis de isómeros ópticos y posicionales mediante cromatografía de gases capilar.** Las fases de  $\beta$ -ciclodextrinas han significado un progreso importante en la separación de este tipo de compuestos. Las ciclodextrinas consiguen esta separación por la formación en su estructura de microcavidades, que cuando son funcionalizadas, forman compuestos de inclusión de isómeros definidos. Mediante la suspensión de  $\beta$ -ciclodextrinas permetiladas en una fase estacionaria moderadamente polar, se forma una fase inmovilizada con rangos de temperatura muy amplios.

La sensibilidad de la cromatografía de gases capilar permite la determinación de la pureza enantiomérica a más del 0,1%, siendo así la columna Cydex-B, la columna ideal para un gran número de aplicaciones, entre las que se incluyen los productos farmacéuticos, productos naturales, aromas, muestras biológicas, etc.

**Columnas capilares de 0,15 mm ID. Más cortas, más rápidas... ¡Perfectas!** A menor diámetro interno de una columna capilar, mayor eficiencia pero generalmente hay una reducción de la capacidad de muestra. El nuevo rango de columnas de SGE ofrecen esta mayor rapidez de análisis y eficiencia manteniendo la capacidad de muestra. Aumenta también



el número de análisis que se pueden realizar en el laboratorio y la compatibilidad con sistemas de espectrometría de masas.

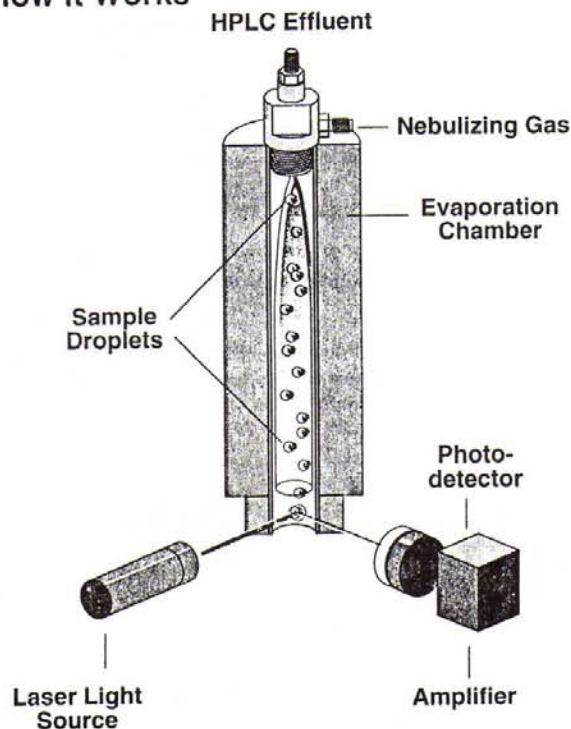
La mayor eficiencia de estas columnas se traduce en que se pueden utilizar columnas más cortas, lo que conlleva tiempos de análisis más cortos y un menor costo.

**Phase Separations. Spherisorb.** El mayor volumen de ventas experimentado en Europa con la nueva generación de columnas Spherisorb y Phase Extra, que presentábamos en el número anterior, nos ha permitido poder reducir los costos de fabricación lo que comporta una reducción de los precios de algunos productos de hasta el 25%.

## B) INSTRUMENTACIÓN

**Detector Varex ELSD MKIII "Evaporative light Scattering detector" para HPLC, GPC, SFC.** Este detector puede ser considerado como universal, ya que responde prácticamente igual a todos los solutos no volátiles. Se trata de un detector muy versátil y elimina los problemas comunes asociados con los detectores IR y UV, ya que no se ve afectado por cambios de la temperatura ambiente. La respuesta del detector no depende de los grupos funcionales de los compuestos. Su funcionamiento se basa en la evaporación de los compuestos que salen de la columna que posteriormente se somete a rayo láser y es detectado por un fotodetector. La respuesta es proporcional a la masa del soluto y no depende de sus grupos funcionales. Rogamos nos contacte si requiere ampliar información sobre este detector.

### How It Works



**Detector de conductividad modelo 320.** Permite el análisis de aniones, cationes, metales de transición, ácidos orgánicos, lantánidos y surfactantes iónicos. Compatible con sistemas IC con o sin columna

supresora. Presenta un nuevo diseño de celda para mantener la línea base estable que además requiere un bajo mantenimiento. Se puede operar a 10 rangos desde 0,1 hasta 600 uS-cm en toda escala, para ayudar al usuario en sus distintas aplicaciones.

Consúltenos su problema, tenemos la solución.

Kromxpek Analítica, S.A.

Apdo. 282, Ctra. Cerdanyola, 65-67.

08190 Sant Cugat del Vallés (Barcelona).

Tel. (93) 589 15 55. Fax (93) 675 05 16.

# Waters

Division of MILLIPORE

## Nueva Electroforesis Capilar para análisis de iones CIA

El nuevo sistema Waters CIA "Capillary Ion Analysis" para el análisis de aniones, cationes, ácidos orgánicos y otros iones, es la segunda generación de instrumentos diseñados para la aplicación de las técnicas de separación desarrolladas y patentadas por Waters, en el análisis de iones, para mejorar en sencillez, rapidez y menor coste las tradicionales técnicas de Cromatografía Iónica.

Las nuevas características que incorpora la nueva serie de instrumentos son:

- Control de Isomigración: Asegura la reproducibilidad de los resultados aun trabajando con un amplio rango de concentraciones.
- Detección UV Ultra sensible: Posibilidad de trabajar a longitudes de onda tan bajas como 185 nm.
- Desarrollo de Métodos Automatizado: Carrusel de muestras y colector automatizados y de mayor capacidad.
- Control de la Temperatura: Temperatura controlada tanto en el capilar como en las muestras y electrolito.

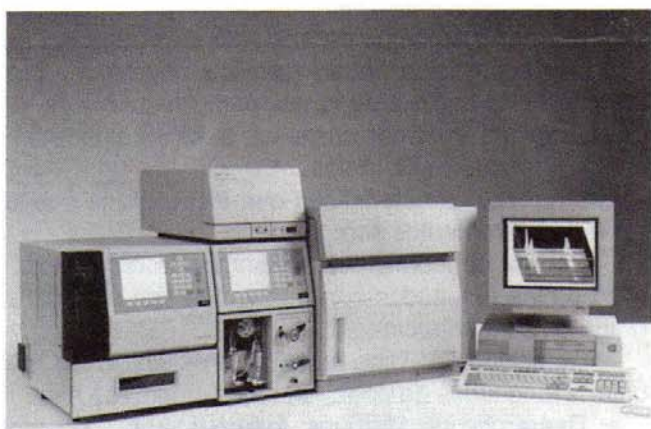




## Nuevo Sistema LC/MS Integrity

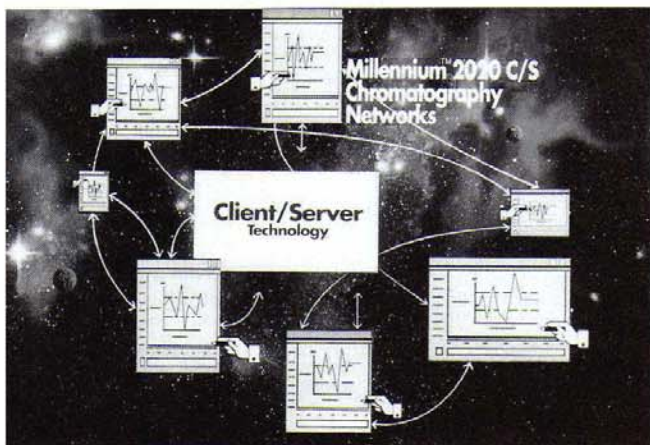
Durante la pasada celebración de Expoquimia, Waters presentó su nuevo sistema integrado LC/MS Integrity que le abre un nuevo potencial analítico en el campo de la HPLC con la incorporación a la detección por fotodiodos de la espectrometría de masa en un mismo equipo integrado para la cuantificación e identificación de compuestos en muestras complejas.

La combinación de los dos sistemas de detección, detector de fotodiodos Waters 996 de alta sensibilidad y resolución óptica de 1.2 nm y el detector de masa con una interfase de haz de partículas patentado "ThermaBeam", ionización por impacto electrónico y analizador cuadrupolo capaz de utilizarse con una gran variedad de compuestos no polares o iónicos y desde 10 a 1.000 amu, le permiten comprobar sus materias primas, problemas de producción, control de calidad, productos de la competencia o aplicaciones en diversos campos de la investigación.



El Sistema Waters LC/MS Integrity es práctico y fácil de utilizar. Un sólo software integrado dentro de la línea Millennium le permiten un sencillo manejo, calibración y tratamiento de datos. La rutina de Puesta en Marcha sintoniza y calibra automáticamente el cuadrupolo para su máximo rendimiento mientras la Auto Optimización prepara la interfase ThermaBeam para la fase móvil utilizada asegurando la máxima sensibilidad del detector. El Chromatography Manager Millennium 2010 le muestra los datos obtenidos por el Waters 996 y el detector de masas ThermaBeam en el mismo y accesible formato para una rápida y fácil interpretación de los resultado.

## Red Cliente/Servidor Millennium 2020



La nueva arquitectura de red Cliente/Servidor del Millennium 2020 amplía las características del sistema Millennium de estaciones aisladas PC a una auténtica red cliente/servidor. Múltiples usuarios de PC Millennium pueden conectarse a una red con servidor Novell o VMS y a una base de datos centralizada Millennium. La operatividad a nivel de PC es idéntica a los sistemas aislados, utilizando todos los usuarios la base de datos centralizada en el servidor. Esta arquitectura facilita una solución corporativa para la transmisión de los datos en red. De fácil expansión según sus necesidades; simplemente añadiendo clientes Millennium al sistema. Las nuevas características que incorpora el sistema proporcionan mejoras en GLP/seguridad con "bloqueo de métodos" y "archivo histórico de métodos" y cuatro niveles de autorización y seguridad en el Millennium así como las características de seguridad inherentes a los sistemas operativos VMS y Novell. Una característica básica en el Millennium relaciona permanentemente el cromatograma, el método y los resultados de un mismo análisis en la base de datos.

## AccQ-Tag un nuevo reactivo para el análisis de aminoácidos

El sistema AccQ-Tag está basado en un nuevo reactivo AccQ-Fluor™ (AQC) especialmente desarrollado por Waters para mejorar la determinación de aminoácidos. Con un sencillo protocolo de derivatización, el AQC reacciona con los aminoácidos primarios y secundarios para formar un derivado altamente estable apropiado para su separación en HPLC de fase reversa sin presentar ningún subproducto de un mismo aminoácido, picos de interferencia por exceso de reactivo o poca reproducibilidad cuantitativa.

Otras características destacadas son:

- Análisis totalmente automatizado de hasta 96 muestras sin intervención del analista.
- Límites de detección en el rango de los femtomoles para micromuestras.
- Procedimientos de operación preprogramados en el Chromatography Manager Millennium 2010.

Millipore Ibérica, S.A. - Servicios de Marketing.

Avda. Llano Castellano, 13 - E-28034 Madrid - España. Tel. (91) 729 03 00 - Fax (91) 729 29 09.

## SUGELABOR, S.A.

Al servicio del análisis

### Columnas capilares SGL

Las columnas capilares y semicapilares para GC de fabricación nacional SGL, han demostrado a lo largo de su comercialización un excelente resultado, comparable a las mejores columnas de importación. Esta situación, unida a su precio más competitivo, las hace adecuadas a multitud de análisis tanto en el campo de la investigación como en el control rutinario.



Algunas aplicaciones desarrolladas con nuestras columnas SGL han sido el análisis de ceras y esteroides en muestras alimentarias, cuyos resultados se exponen a continuación.

SUGELABOR, S.A.  
Sicilia, 36  
Tel. (91) 501 39 36.  
Fax (91) 501 39 38  
28038 Madrid

**varian** 

### Saturn 3: mayor sensibilidad GC/MS

El nuevo GC/MS Varian Saturn 3 proporciona la mejor combinación de sensibilidad y selectividad para análisis de muestras complejas. Supone un avance para las aplicaciones de cuantificación de componentes a nivel de trazas de muestras tales como fluidos biológicos, suelos, aguas residuales y materiales peligrosos de desecho.

La serie Saturn, cuya inigualable sensibilidad en impacto electrónico (EI) está ya perfectamente demostrada, incorpora ahora con el Saturn 3 una mayor sensibilidad y selectividad operando con Ionización Química (CI), alcanzando niveles de detección de picogramos en barrido completo ("full-scan").

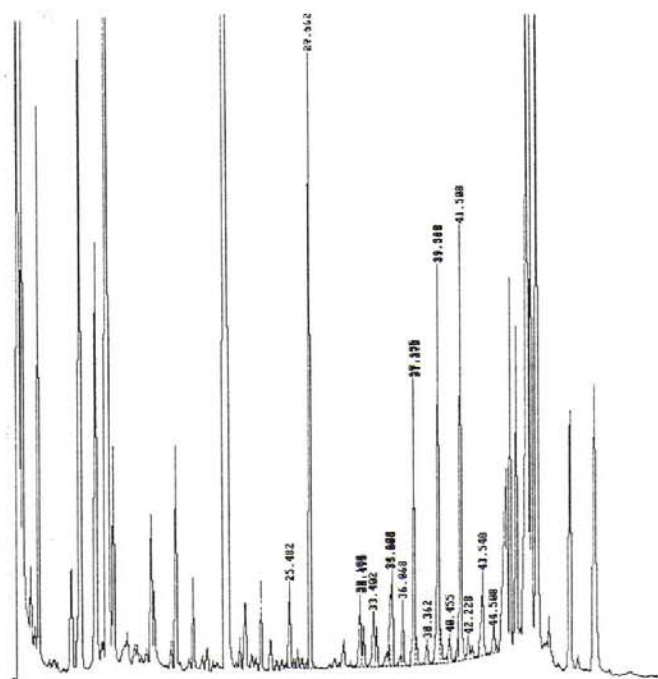


Fig. 1: Ceras en aceites. Columna SGL-5 15 m x 0,32 mm, especialmente diseñada para el análisis de triglicéridos.

Condiciones: Temp. Horno: 80 °C ----- 30 °C/min ----- 150 °C ----- 4 °C/min ----- 340 °C  
Inyección: On-column  
Detección: FID  
Gas portador: H2 1,5 ml/min

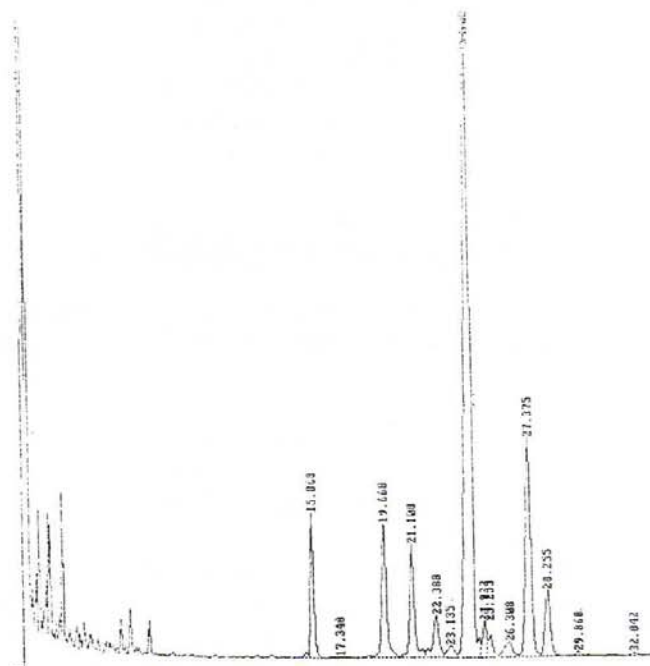


Fig. 2: Análisis de esteroides. Columna SGL-5, 25 m x 0,25 mm 0,25 µ

Condiciones: Temp. Horno: 260 °C  
Inyección: Split  
Detección: FID  
Gas portador: He 1 ml/min



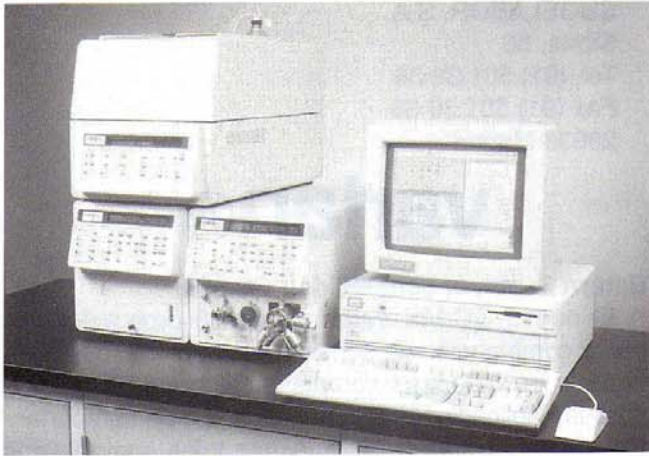
Con el nuevo sistema de Ionización Química, se obtienen espectros sin ninguna interferencia de fragmentos procedentes de impacto electrónico, permitiendo una programación en tiempo real de intercambio de fuente de ionización (EI/CI) a lo largo del análisis. Además, el nuevo software incorpora nuevas capacidades respecto a automatismo, cuantificación y cumplimiento de requerimientos analíticos de las normativas más exigentes.

El nuevo GC/MS Saturn 3, junto con el cromatógrafo Varian Star CX Series, reduce el tiempo de análisis y los costes de preparación de muestras, gracias a su nueva configuración: sistemas avanzados para tratamiento de muestras, nueva puerta del horno de fácil acceso, horno de columnas iluminado, lectura de la relación de "split", e inyector automático para operar en cualquier modo de inyección.

### Nuevas bombas Varian para HPLC

Varian presenta su nueva línea de bombas HPLC que proporcionan la fiabilidad, el nivel de prestaciones, la precisión y la facilidad de uso que los modernos laboratorios necesitan.





Las bombas Varian LC Star 9002 y 9012, de gran versatilidad, disponen de un mayor rango de flujos (10 mL/min. máximo) para aplicaciones semipreparativas. Los usuarios pueden elegir entre tres modos de proporción, de tal manera que el equipo se adapte a las necesidades específicas de cada análisis.

Las bombas de gradientes ternarios Varian Star 9012 y Star 9012 Inerte disponen del pistón único diseñado por Varian de gran eficacia, y de válvulas de proporción de alta velocidad que aseguran la precisión y reproducibilidad de la fase móvil, independientemente del caudal o composición.

La utilización de una mecánica de entrada de llenado rápido y mezcla a alta presión elimina la necesidad de purgar o desgasificar los disolventes, mejorando así la seguridad y productividad de su laboratorio, al ahorrar tiempo y costes.

Las bombas isocráticas Varian 9002, derivadas del diseño de las 9012, proporcionan la misma fiabilidad y prestaciones para aplicaciones isocráticas.

#### **La nueva estación de datos Varian para GC incrementa la automatización del laboratorio**

Varian ha presentado recientemente la nueva versión de software de la estación de datos Star para cromatografía de gases, que permite mejorar significativamente la productividad de su laboratorio, gracias a un sistema interactivo de control de datos, de fácil manejo, y a una potente aplicación de software para automatización denominada AutoLink.

El sistema de control de datos "Curve Manager" permite al usuario revisar los datos de calibración, tanto gráficamente como estadísticamente, tomados sobre nueve rangos de calibración diferentes. Ello facilita y acelera la confección de curvas de calibrado precisas, evitando errores que ocasionarían la costosa repetición de análisis.

El sistema de verificación de la estación de datos Star "Verification Mode" mejora la productividad del laboratorio al verificar automáticamente las curvas de calibrado una vez confeccionadas. Este sistema de chequeo evita la necesidad de recalibrar el cromatógrafo repetidas veces. Asimismo, proporciona toda la documentación necesaria para cumplir con las normas reguladoras a este respecto.

El nuevo software AutoLink utiliza el intercambio dinámico de datos de Microsoft para intercomunicar



automáticamente el sistema de software del cromatógrafo con cualquier software de análisis especializados. Antes, estos programas debían ser inicializados manualmente antes de cada análisis. Con AutoLink, los softwares especializados pueden ser automáticamente cargados después de que cada separación cromatográfica haya sido completada, disminuyendo así el tiempo de análisis y preservando las muestras perecederas.

La estación de datos GC Star puede trabajar con hasta cuatro cromatógrafos de gases y obtener datos de hasta ocho detectores, duplicando así su capacidad anterior de trabajo. La estación utiliza el entorno de trabajo Windows (Microsoft Corporation) de muy fácil manejo, y se ajusta a los estándares de datos cromatográficos de la Asociación de Instrumentación (AIA). También los informes de las buenas prácticas de laboratorio (GLP) pueden ser generados automáticamente, facilitando el cumplimiento de estas normas y permitiendo que el personal del laboratorio trabaje en otros proyectos.

Para más información, por favor diríjase a:

Varian Ibérica, S.L.

Avda. Pedro Díez, 25. 28019 Madrid.

Tel. (91) 472 76 12. Fax (91) 472 50 01.

Caspe, 118. 08013 Barcelona.

Tel. (93) 265 70 02. Fax (91) 265 85 62.

Polígono Industrial P.I.S.A. Edif. Trisoft.

Parcela 6. 41927 Mairena (Sevilla).

Tel. (95) 418 39 80. Fax (95) 418 41 42.

## **TEKNOKROMA®**

### **NUEVO SISTEMA DE MICROEXTRACCIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS EN AGUA SIN EMPLEO DE DISOLVENTES**

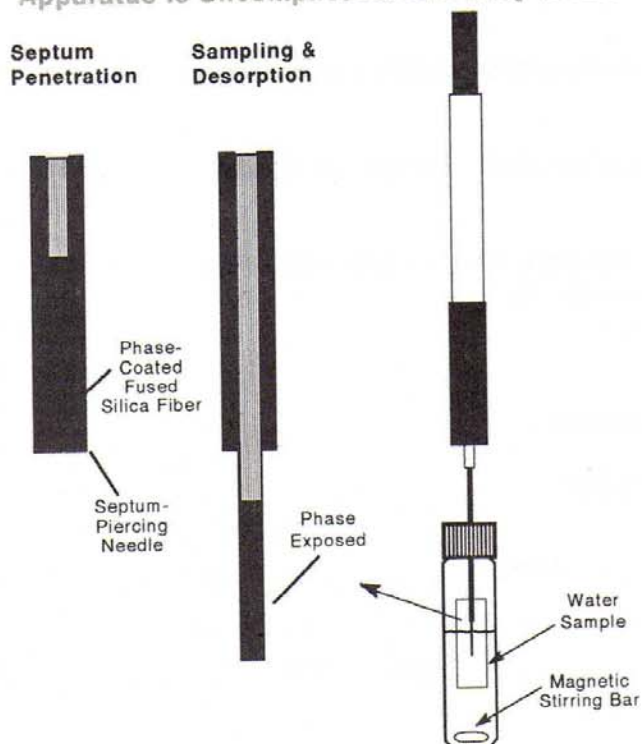
Teknokroma presenta el nuevo sistema de extracción de compuestos orgánicos en muestras acuosas desarrollado por la Universidad de Waterloo, Ontario (Canadá) en colaboración con Supelco Inc.

Este nuevo sistema, denominado "Microextracción en fase sólida" (SPME) presenta claras ventajas sobre los procedimientos clásicos de "head-space" o de "purge and trap" para la concentración de compuestos volátiles o de extracción en fase sólida para los semivolátiles o no-volátiles, representando un importante ahorro económico y de tiempo.

El nuevo sistema consiste fundamentalmente en una jeringa modificada, cuyo émbolo incorpora en su



**Figure A – Solid Phase MicroExtraction (SPME) Apparatus Is Uncomplicated and Easy to Use**



extremo una cierta longitud de fibra de silice fundida impregnada con una capa de metilsilicona, de 100  $\mu\text{m}$  de espesor. Esta fibra se sumerge en la muestra a analizar y los analitos se adsorben en el recubrimiento de metilsilicona. Tras un período de 2 a 15 minutos, que es el tiempo que se tarda en alcanzar el

equilibrio, se retira la fibra de silice del vial y directamente se inyecta en el cromatógrafo de gases, donde los diferentes compuestos retenidos se desorben y pasan a la columna cromatográfica.

Las ventajas de este nuevo sistema son:

1. Elevada sensibilidad, llegando a límites de partes por trillón (ppt).
2. Amplio rango lineal de respuesta.
3. Rapidez, siendo en general necesarios unos cinco minutos para alcanzar el equilibrio.
4. No requiere ningún consumo de disolventes.
5. Elevada precisión (>1-12% RSD).

Aunque su aplicación más inmediata sea la de extracción de muestras acuosas, es posible emplear el mismo sistema en combinación con el método clásico de espacio en cabeza, obteniéndose excelentes resultados con una amplia variedad de matrices.

#### Bibliografía

1. Arthur, C.L., D.W. Potter, K.D. Buchhoiz, S. Motlagh, J. Pawliszyn. *LC/GC*, 10 (9) 656-661 (1992).
2. Arthur, C.L., L.M. Killam, S. Motlagh, M. Lim, D.W. Potter, J. Pawliszyn. *Environ. Sci. & Technol.*, 26, 979-983 (1992).
3. Arthur, C.L., K. Pratt, S. Motlagh, J. Pawliszyn, J. High Res. *Chromatogr.*, 15, 741-744 (1992).
4. Arthur, C., L.M. Killam, K.D. Buchhoiz, D. Potter, M. Chai, Z. Zhang, J. Pawliszyn. *Environmental Lab.*, Dec. 92/Jan 93, 10-14.
5. D. Potter, J. Pawliszyn. *J. Chromatogr.* 625, 247-255 (1992).
6. B. D. Page and G. Lacroix. *J. of Chromatogr.* 648 (1993) 199-211.

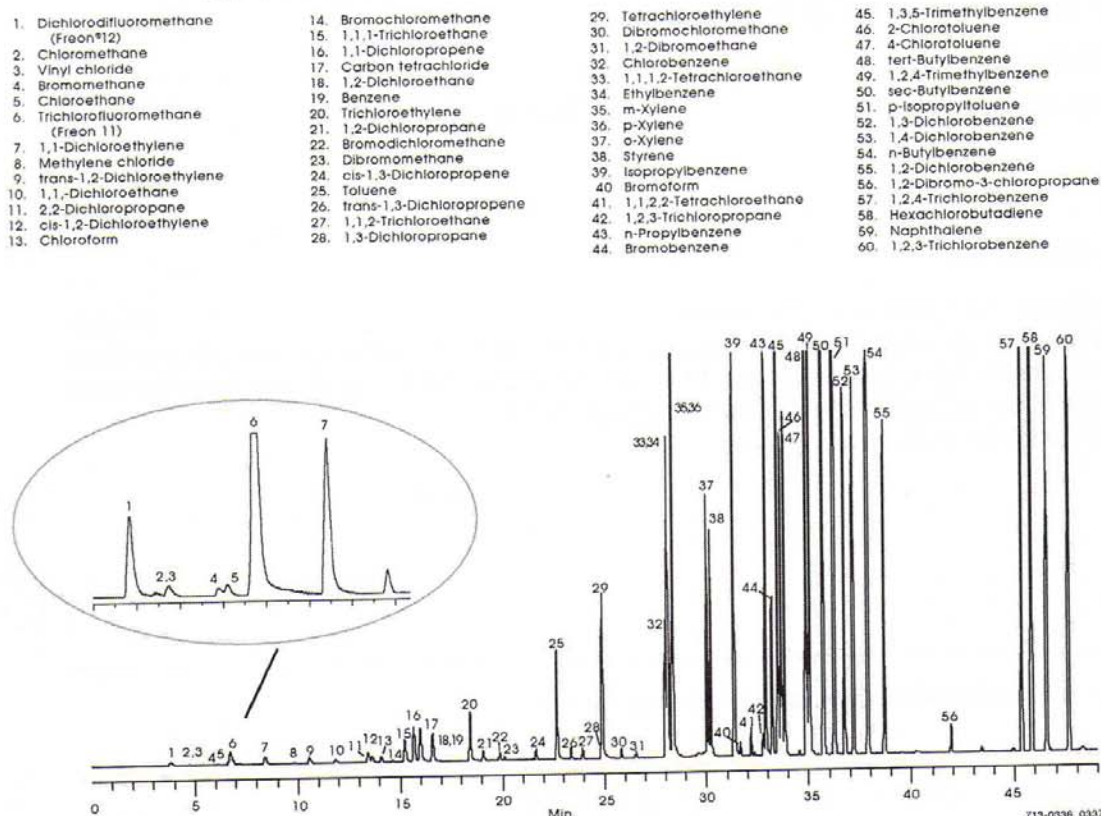
Para más información diríjense a:

Sant Cugat del Vallés: (93) 674 88 00.

Madrid: (91) 350 19 82. Sevilla: (95) 461 01 92.

Vizcaya: (94) 467 35 45. Valencia: (96) 362 08 07.

**Figure B – US EPA Method 524.2 Volatile Analytes, Using SPME**



VOCOL fused silica capillary column, 60m x 0.25mm ID, 1.5 $\mu\text{m}$  film. Col. Temp.: 35°C for 4 min., then to 200°C at 4°C/min., Flow Rate: 2ml/min., He, Sample: 50ppb each component in water, extracted for 5 min. using 100 $\mu\text{m}$  polydimethylsiloxane SPME fiber, m/z = 35-260 at 0.6 sec./scan.



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

Dr. Xavier Guardino

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines - Centro Nal. de Condiciones de Trabajo  
C/ Dulcet, 2-10 - 08034 Barcelona

acompañado de la correspondiente autorización bancaria. Precio 1994: 4.500 Ptas.  
Señale la dirección en la que desea recibir la correspondencia.  
Por favor, envíe un cheque por la cuota del primer año.

**REAL SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUIMICA  
GRUPO DE CROMATOGRAFIA Y TÉCNICAS 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 digne 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

---

Por favor, rellene los datos bancarios en el formato:

/ \_ \_ \_ \_ / \_ \_ \_ \_ / \_ \_ / \_ \_ \_ \_ \_ \_ \_ \_ /

Entidad      Oficina      D.C.      Número de cuenta





# Sensibilidad superior en GC/MS para cualquier muestra.



## La nueva Función de Scan del Saturn 3 establece prestaciones que ningún cuadrupolo puede alcanzar.

Antes de decidir la adquisición de un nuevo GC/MS, descubra la nueva Tecnología del Saturn 3, que logra los niveles de sensibilidad y selectividad necesarios para el análisis de las muestras más complejas.

Llame al 91-4727612 y solicite mayor información.

- Nueva Función de Scan "Wave-Board"
- Programación El ↔ CI en tiempo real
- Avanzado software para cuantificación
- Nuevos niveles de automatización
- Permanezca atento a futuros desarrollos de la tecnología "Wave-Board"



Varian Ibérica S.L.  
Avda. Pedro Díez, 25  
28019 Madrid  
Tel: 472 76 12  
Fax: 472 50 01

c/Caspe, 118  
08013 Barcelona  
Tel: 265 70 02  
Fax: 265 85 62

Pol. PISA, Exposición, 6  
41927 Mairena del Aljarafe  
Sevilla  
Tel: 418 39 00  
Fax: 418 41 42



# Convierta su GC en un potente analizador de espacio de cabeza añadiéndole el HS 40



Análisis de volátiles en agua y aguas residuales (aromáticos, volátiles e hidrocarburos halogenados)



Volátiles en bebidas y alimentos (diacetil + 2,3 pentadiona en cervezas)



Monómeros y volátiles en polímeros (NCM en PVC)



Análisis de alcohol en sangre.

**HS-GC**

Sí, con la simple adición del módulo HS 40, compatible con cualquier cromatógrafo.

No pierda su tiempo preparando su muestra, mediante el Accesorio de Espacio de Cabeza HS 40 puede dejar hasta 40 muestras listas para su análisis de volátiles, termostataando cada una de ellas el mismo intervalo de tiempo y optimizando los solapamientos de los intervalos de termostatación.

El procesado de un elevado número de muestras en sus manos.

El HS 40, permite el uso o la inyección en columna, utilizando columnas capilares. Además el sistema exclusivo de inyección con presión balanceada, utilizado satisfactoriamente en todos los inyectores de Espacio de Cabeza Perkin Elmer es compatible con columnas capilares y empaquetadas.

La utilización de la técnica de crío-enfoque, permite alcanzar límites de detección insospechados.

Para obtener más información del HS 40 de Perkin Elmer, póngase en contacto con nosotros.



Muestreador de espacio de cabeza HS-40.

**PERKIN ELMER**