

# CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

**SECYTA**

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE  
CROMATOGRAFÍA  
Y TÉCNICAS AFINES

BOLETIN DE LA SECYTA  
VOLUMEN 28 NÚM. 1 (2007)  
**28**  
WWW.SECYTA.ORG

# IC HPLC Extracción Autopurificación



**Reagent Free,**  
la Cromatografía Iónica  
sin reactivos.

**HPLC Ultimate 3000,**  
Soluciones Inteligentes.  
Cromatografía Ultra-rápida:  
de escala micro a  
semipreparativa.

**Extracción Acelerada**  
de solventes ASE.

**Sistemas APS**  
de Autopurificación



[www.vertex.es](http://www.vertex.es)

# CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, junio de 2007 Vol. 28, núm. 1

ISSN 1132-1369

Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (<http://www.secyta.org>)

## INDICE

2 **EDITORIAL**

3 **Entrevista: Prof. Manuel V. Dabrio Bañuls**

### ARTÍCULOS

5 Cromatografía de gases completa en dos dimensiones (GC × GC) y su aplicación al análisis de alimentos *por Michael Brokl, M. Luz Sanz y Ana Cristina Soria*

### NOTICIAS DE LA SECyTA

14 Próxima reunión científica de la SECyTA

17 Nuevos socios

20 Spanish scientists in international on-line chromatography initiative

### INFORMACIONES

21 Calendario de actividades

### INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

24 Resumen de artículos de interés

### DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

29 Novedades técnicas

-----

**Redacción:** Isabel Martínez Castro ([iqomc16@iqog.csic.es](mailto:iqomc16@iqog.csic.es)), Lourdes Ramos ([l.ramos@iqog.csic.es](mailto:l.ramos@iqog.csic.es))  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
Elena Ibáñez ([elena@ifi.csic.es](mailto:elena@ifi.csic.es)),  
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel.91 562 29 00

**Publicidad:** José Luis Andréu  
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91 562 29 00, ext 355

**Comité Editorial:** A. Cifuentes, M. de Frutos, E. Ibáñez, M.L. Marina, I. Martínez Castro, L. Ramos

**Depósito legal:** M-1902-1975

**Diseño, preimpresión e impresión:** Helios, S.L. • Duque de Sevilla 16 • 28002 Madrid • Tel. 91 768 49 50

**Diseño de portada:** Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

## PONER EL CASCABEL AL GATO

Desde hace un cierto tiempo empieza a ser cada vez más frecuente oír a gestores de la ciencia expresiones como “la economía del conocimiento”, “la búsqueda de la excelencia científica” y otras por el estilo que, además de ser de dudosa interpretación para los científicos de a pie, uno tiene la sospecha de que sirven más para el discurso que para fomentar el desarrollo de la ciencia. Si traigo este tema a colación, no es por el impacto que estos discursos puedan tener en los que ya llevamos años bregando en las tareas científicas. Me preocupa más la gente joven, los científicos en formación, los becarios. Teniendo en cuenta que en la SECyTA un buen número de socios están en esta situación profesional, me he animado a analizar una idea que los menos jóvenes hemos adquirido como por ósmosis, gracias al ambiente científico que respiramos en los laboratorios donde hicimos nuestras tesis doctorales.

Quizá uno de los rasgos más característicos de nuestro sistema científico actual es el afán por publicar. La frase “*publish or perish*” la hemos asimilado muy bien en nuestra comunidad científica. España ocupa un muy honorable décimo puesto por el número de publicaciones científicas entre los países desarrollados. Resulta interesante también ver el número de publicaciones hechas en un país durante un periodo de tiempo, dividirlo por el número de citas que han recibido esas publicaciones y comparar los “ratio”, lo que es, con algunas limitaciones, una medida de la trascendencia que tiene la ciencia hecha en ese país. Si, a modo de ejemplo, consultamos la ISI-Web of Knowledge<sup>1</sup> para el periodo 2000-2004 en el área de química, veremos que el mencionado “ratio” es de 4,28 para España, mientras que es de 6,60 para Suiza, 6,59 para USA, 5,50 para Suecia, 5,19 para Inglaterra, 4,48 para Francia y 4,39 para Italia. España ocupa un menos honorable puesto decimotercero en concepto de repercusión de sus publicaciones científicas. Una de las conclusiones que se pueden sacar de estos datos es que la relevancia de lo publicado por la ciencia española es menor que su productividad.

En mi opinión, la posición del becario en esta situación no es pasiva. Más de una “pequeña crisis” se ha desatado en más de un grupo de investigación ante la situación del becario que llega a la lectura de su tesis doctoral con menos de diez o doce publicaciones en revistas de alto índice de impacto. Porque, claro, “¿cómo voy a competir yo –dicen– con menos de esas publicaciones por una beca posdoctoral?” Me da la sensación de que se está cumpliendo al pie de la letra lo que comentaba Cajal: “[...] todos desean, naturalmente, acaparar la espléndida cosecha. Esto explica la impaciencia por publicar, así como lo imperfecto y fragmentario de muchos trabajos de laboratorio”<sup>2</sup>. Pocos científicos “senior” se preocupan, en el fragor de una comisión de becas, de unas oposiciones o de un concurso de idoneidad, en juzgar la trascendencia de la investigación reseñada o el valor de los resultados comunicados en la publicación, frente al puro número de las publicaciones, eso sí, baremadas de acuerdo con el índice de impacto de la revista, la posición del candidato entre los autores, etc., etc.

Más de una voz se ha levantado para decir que habría que empezar a considerar la calidad en vez de la cantidad, que no muchas publicaciones implican necesariamente una labor científica destacada, que el apartado publicaciones (en la selección de becas, concursos de méritos, etc.) es algo más que el resultado de una pura fórmula matemática. En mi opinión el problema está en, como en el caso de la fábula<sup>3</sup>, ¿quién le pone el cascabel al gato?

**J.C. Diez-Masa**  
*Presidente de la SECyTA*

<sup>1</sup> <http://portal.isiknowledge.com/?DestApp=ESI&Func=Frame>. Consultada el 16 de mayo de 2007.

<sup>2</sup> S. Ramón y Cajal. *Los Tónicos de la Voluntad*. 15ª edición. Colección Austral. Espasa Calpe. Madrid 1999, p. 56

<sup>3</sup> Felix María de Samaniego. “El Congreso de los Ratones” (<http://www.guiascostarica.com/fabulas/fabula07.htm>)

# ENTREVISTA

## Entrevista realizada al Profesor Manuel V. Dabrio Bañuls

Mercedes de Frutos

Instituto de Química Orgánica General, CSIC

*En esta serie de entrevistas a personas que han tenido, tienen y seguirán teniendo gran influencia en la cromatografía en España, en esta ocasión traemos a esta sección al Profesor Manuel Vicente Dabrio Bañuls, para muchos “Dabrio, el de los libros”. Y es que los libros que él ha publicado, tanto los primeros sobre Cromatografía de gases como el más actual sobre Cromatografía y electroforesis en columna, han sido y son libros de consulta y estudio para varias generaciones de cromatografistas en nuestro país. Al hablar de cromatografía no quiero hacer distinción entre los distintos tipos porque, como Dabrio dice, la cromatografía es como la madre, no hay más que una. Manuel Dabrio, Manolo para unos y Dabrio para otros, sin que ello implique mayor o menor grado de acercamiento, estudió Químicas en su ciudad natal, Sevilla, donde también realizó su Tesis Doctoral, dirigida por el Prof. Jaime Gracián, sobre Espectrofotometría UV de los aceites de oliva. Después realizó una etapa postdoctoral en París, donde mientras él trabajaba con el profesor Guiochon sobre el análisis de plaguicidas organoclorados y fosforados en columnas capilares de vidrio y disfrutaba en el laboratorio de la compañía de Francesc Farré, la mujer de Dabrio, Consuelo, se hacía aún más popular que él preparando deliciosas tortillas de patata, de las que los colegas brasileños, en cuya residencia moraban, le pedían la receta. A su regreso a España, Dabrio se incorporó al Centro Nacional de Química Orgánica (CSIC), en Madrid, donde desarrolló el laboratorio de Cromatografía. Tras un periodo en la dirección del Instituto de Química Orgánica General (IQOG) del CSIC ha alternado sus etapas en los laboratorios, con otras en la Sede Central del CSIC, ostentando los cargos de vocal en la Comisión Científica y Junta de Gobierno, Vicepresidente, Coordinador del Área de Química y Delegado Institucional del CSIC en la Comunidad de Madrid. Ahora tenemos la suerte de haberle recuperado en el Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental del IQOG y poder contar con él un tiempo, aunque sea corto, hasta su jubilación.*



**Como uno de los fundadores del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines, origen de nuestra actual Sociedad, me gustaría que hicieras una breve síntesis de lo que crees que ha sido desde su creación, es en la actualidad, y será en un futuro.**

La creación del grupo tuvo algo de aventura. La idea surgió en Montreaux, donde habíamos acudido al congreso más importante de cromatografía que se celebraba en aquella época en Europa. Consultamos al Prof. Guiochon las posibilidades que teníamos de traerlo a España y uno de los mayores inconvenientes era no disponer de una organización científica que lo apoyara. Esta idea, respaldada por el que sería grupo fundador, quedó aparcada hasta que un día, en una visita que me hizo el Prof. Gassiot, decidimos ponerla en marcha y, después de recoger en el entorno las veinticinco firmas necesarias, fuimos a la Real Sociedad Española de Física y Química, donde el Prof. Martín Municio, su presidente, acogió la idea favorablemente y se puso en marcha el GCTA como grupo especializado de la RSEFyQ. Esto fue una especie de núcleo de cristalización alrededor del cual se fueron agregando todas las personas interesadas en los desarrollos de las modernas técnicas de separación. Tuvimos un crecimiento espectacular los años siguientes, animados por las reuniones científicas que se celebraban, tanto de tipo general como las de los grupos locales, consiguiendo que coincidieran en un mismo espacio las instituciones de

investigación, las empresas usuarias de las técnicas de separación y las empresas fabricantes y distribuidoras de la instrumentación científica. El nombre del grupo no era muy bonito, pero daba la posibilidad de abarcar algunas técnicas relacionadas que no interesaban a ningún otro colectivo científico, tales como la Espectrometría de Masas. Gracias a ello, los espectroscopistas han tenido un lugar de intercambio, que ha cristalizado a la larga en la *Sociedad Española de Espectrometría de Masas*. A pesar de ser uno de los oficiantes en el bautismo del GCTA, creo que el nombre ha quedado algo anticuado y sería conveniente cambiarlo a *S. E. de Ciencias de la Separación*, que parece estar más acorde con la situación actual y más abierto al porvenir.

**¿Cuál crees que ha sido la evolución de la cromatografía y, en general de las técnicas de separación, en el contexto de la Ciencia en España y en el mundo, y hacia dónde crees que van a tender?**

La evolución natural de la cromatografía, como la de la electroforesis, se está dirigiendo hacia los sistemas miniaturizados y rápidos. Esto conlleva la utilización de columnas de diámetro o tamaño de partícula cada vez más pequeño, lo que plantea muchos problemas a la tecnología de los sistemas de inyección y detección, así como al uso de sistemas electrónicos más complejos. Otra línea de gran interés es la combinación con otras técnicas analíticas, generalmente de información estructural. Actualmente, debido al enorme desarrollo instrumental de la espectrometría de masas, se están consiguiendo sistemas acoplados de una gran potencia analítica. Creo que esta vía no ha hecho más que empezar. Otro camino, todavía en sus principios, es la combinación de las técnicas de separación con la RMN. En general se tiende a construir sistemas combinados cuya información sea suficiente y que no precisen de operadores especialmente preparados. Esperemos que no se llegue a alcanzar este objetivo porque nos dejarían en el paro a todos nosotros. Por último, no deberíamos perder de vista que con el bagaje de conocimientos que se posee sobre las técnicas de separación a escala analítica, deberíamos tratar de desarrollar sistemas potentes para funcionar a escalas mayores, a escala industrial, que son tan útiles en sectores como los aromas o la química fina.

**Si tuvieras que destacar un hecho que te haya parecido relevante relacionado con la cromatografía, ¿cuál elegirías? Y para el futuro, ¿cuál es la noticia que te gustaría ver publicada en relación con las técnicas de separación?**

Respecto al pasado, la invención de las columnas capilares por Golay. La forma como llegó a concebirlas y como

desarrolló la idea es fantástica. En cuanto a noticias futuras, ver el uso de columnas capilares abiertas en HPLC, de forma similar a como se usan en GC. Ello supondrá que se están utilizando diámetros internos del orden de 5  $\mu\text{m}$  o menores y que se habrán logrado sistemas de detección más rápidos y sensibles que los actuales.

**¿Qué les dirías a los jóvenes que empiezan a trabajar ahora en el campo de la Investigación?**

Que, aunque la carrera investigadora es dura y mucho más plagada de fracasos que de éxitos, sean constantes porque, aunque pocas, también da unas satisfacciones internas extraordinarias. Yo les pediría también que no abandonen jamás el rigor científico. Estamos en una época donde la competencia se traduce en producir mucho, sin preocuparse demasiado de la calidad. Esto no es bueno ni para la ciencia ni para la profesión de científico, que está basada en el rigor. Si la sociedad pierde la confianza en este rigor, me temo que será mucho más difícil obtener financiación.

**Desde tu situación privilegiada de una persona que ha vivido la Ciencia desde distintas posiciones, tanto desde el aspecto relacionado con la investigación en el día a día del laboratorio como en el aspecto más relacionado con la gestión, ¿cuáles crees que son las soluciones para que los científicos puedan dedicarse a investigar?**

El principal problema del científico actualmente es la pérdida de tiempo de investigación en tareas burocráticas, que van desde la búsqueda de fondos hasta la superación de las trabas administrativas de todo tipo que tiene que vencer para las cosas más simples. Y lo peor es que cada vez que oyes a algún gestor decir que viene a simplificar la burocracia, la empeora. En el CSIC tenemos la experiencia de que, prácticamente con la misma legislación, hemos ido empeorando notablemente a lo largo de los años. En esto tendríamos que imitar a los anglosajones, que tienen muchos menos vicios administrativos.

**Para que no tengas que hacer lo que un día alguien me dijo que hacen los políticos, o sea decir lo que quieren decir, independientemente de lo que les pregunten, piensa en qué pregunta te gustaría que te hubiera hecho y qué habrías contestado.**

Que, a pesar de todas las dificultades, la carrera investigadora es insustituible. Cualquier actividad será susceptible en el futuro de ser automatizada o asumida por robots, pero las actividades que requieren de la inteligencia y la imaginación, tales como la ciencia y el arte, seguirán siendo patrimonio del ser humano.

## ARTICULOS

# Cromatografía de gases completa en dos dimensiones (GC×GC) y su aplicación al análisis de alimentos

M. Brokl<sup>1</sup>, M.L. Sanz<sup>1</sup>, A.C. Soria<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Instituto de Química Orgánica General (CSIC), <sup>2</sup>Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC), Juan de la Cierva, 3 28006 Madrid (acsoria@ifi.csic.es)

## RESUMEN

En este trabajo se ofrece una visión general de la instrumentación y modo de operación en cromatografía de gases completa en dos dimensiones (*comprehensive two-dimensional gas chromatography*, GC×GC), así como una descripción de la evolución experimentada en los últimos años por el modulador, eje principal del reciente desarrollo experimentado por esta técnica. Finalmente, se describen algunas aplicaciones recientes de interés en el campo del análisis de alimentos.

## 1. INTRODUCCIÓN

Uno de los principales retos de la química analítica es la búsqueda de métodos de separación que permitan caracterizar las complejas mezclas de compuestos volátiles presentes en diversas matrices, entre otras, en alimentos. Si bien la cromatografía de gases (GC) ha sido hasta recientemente la técnica de elección para su análisis, los avances instrumentales en técnicas multidimensionales como la cromatografía de gases completa en dos dimensiones (*comprehensive two-dimensional gas chromatography*, GC×GC) han permitido la resolución de compuestos imposibles de separar en una sola dimensión. Pero la idea de combinar técnicas analíticas con el fin de aumentar la separación no es nueva. El primer análisis en dos dimensiones (2D) se llevó a cabo empleando la cromatografía en capa fina (2D-TLC) y fue descrito en 1944<sup>[1]</sup>.

Se denomina cromatografía multidimensional al acoplamiento de dos técnicas en las que al menos una de ellas es cromatográfica. Los ejemplos más comunes son los acoplamientos GC–GC, LC–GC, LC–LC o GC–MS. En el caso de la cromatografía de gases bidimensional clásica (GC–GC), dos columnas con fases de distinta polaridad se acoplan mediante una interfase. Una o varias fracciones seleccionadas que eluyen de la primera columna son transferidas – *heart-cut* – a la segunda columna para la siguiente separación. Es una técnica muy útil cuando el análisis en una sola dimensión no permite la separación de compuestos con estructura o propiedades similares, como es el caso de los compuestos quirales<sup>[2]</sup>. Sin embargo, el empleo de una segunda separación para cada fracción de interés aumenta considerablemente el tiempo de

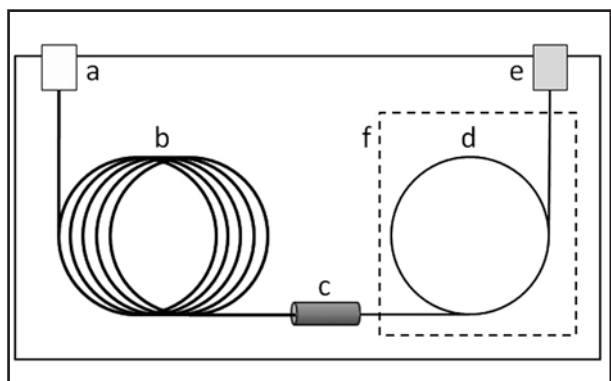
análisis. Esto unido a la compleja instrumentación requerida y el cada vez mayor interés por las separaciones multicomponentes rápidas han estimulado el desarrollo, desde 1991, de la GC×GC. A diferencia de la GC–GC, la GC×GC permite una separación muy rápida en la segunda dimensión de todo lo que eluye de la primera columna, obteniéndose tiempos de análisis similares a los de las separaciones en una dimensión.

## 2. INSTRUMENTACIÓN EN GC×GC

Un sistema de GC×GC está compuesto por dos columnas con fase estacionaria de distinta polaridad y distintas dimensiones conectadas entre sí por una interfase o modulador que recoge, enfoca y transfiere periódicamente la muestra de la primera a la segunda columna (Figura 1). A la separación obtenida en la primera dimensión (D1) se añade otra en la segunda (D2) y, de esta forma, todos los componentes de la mezcla están sometidos a dos procesos de separación.

Es importante también que la separación tienda a ser lo más ortogonal posible, es decir, que los mecanismos de retención sean lo más diferentes posible en ambas dimensiones<sup>[3]</sup>. En la mayoría de las aplicaciones, como veremos más adelante, se suele emplear una primera columna con fase estacionaria apolar de 15-30 m × 0,25-0,32 mm de diámetro interno y 0,1-1 μm de espesor de fase, donde los compuestos se separan principalmente por punto de ebullición. La segunda columna, más corta (0,5-2 m) y de menor diámetro (0,1-0,25 mm) y espesor de fase (0,1-0,25 μm), suele tener una fase estacionaria más polar, donde los compuestos se separan en función de su polaridad. Existe la posibilidad de termostatar ambas columnas en un solo horno o usar hornos separados para cada columna (Figura 1).

Para mantener la separación obtenida en la primera dimensión las fracciones sometidas a enfoque en el modulador deben ser como máximo un cuarto de la anchura de pico en esta dimensión. Dicho de otro modo, cada pico que eluye de la dimensión D1 debe ser enfocado al menos cuatro veces<sup>[4,5]</sup> (Figura 2.1) (*ver pág. 22*). Además, las bandas inyectadas en la segunda dimensión deben alcanzar el detector antes de que la siguiente frac-



**Figura 1.** Esquema de un sistema de GC×GC. a) inyector, b) columna D1, c) modulador, d) columna D2, e) detector, f) posibilidad de hornos separados para las dos columnas.

ción sea liberada por el modulador, es decir, los tiempos de retención en la segunda dimensión tienen que ser menores o iguales que la duración de un solo tiempo de modulación. Así, si la anchura de un pico que eluye de la primera dimensión es de 24 s los tiempos de análisis en la segunda dimensión deberán ser del orden de 6 s.

Es necesario señalar también que el proceso de modulación en GC×GC proporciona una mejora en la sensibilidad con respecto a la GC monodimensional. Como puede observarse en la Figura 2.1, cada pico que eluye de D1, al ser sometido a una secuencia de pulsos de enfoque en el modulador, da lugar a una serie de picos estrechos en D2. Dado que la modulación es un proceso donde no existen pérdidas de masa, la altura de los picos aumenta para compensar la reducción en la anchura, resultando así una mejora de la sensibilidad.

## 2.1. Moduladores

El modulador se ha considerado el corazón de la GC×GC, siendo por tanto el principal motor del desarrollo presentado por esta técnica. Existen dos clases de moduladores: térmicos y de válvula.

### 2.1.1. Moduladores térmicos

Los moduladores térmicos son los más empleados en la actualidad y pueden basarse tanto en el calentamiento como en la criogenización. Uno de los primeros moduladores comercialmente disponibles fue el modulador rotatorio o *Sweeper*, introducido por Phillips y col.<sup>16, 71</sup> Consiste en un segmento de columna capilar con gran cantidad de fase empleado para retener los analitos al

final de la D1. Dichos analitos son introducidos en la segunda dimensión gracias a un dispositivo rotatorio que permite la aplicación discontinua de temperatura. Este tipo de dispositivos, aunque asequibles, presentan como inconvenientes su complicada instalación, la facilidad de rotura del capilar debido a la proximidad del rotor en movimiento y, sobre todo, la temperatura máxima de utilización de 230°C<sup>181</sup> que dificulta el análisis de compuestos de baja volatilidad, por lo que ya no están disponibles comercialmente.

Los moduladores criogénicos se basan en el empleo de bajas temperaturas para enfocar en forma de bandas estrechas las fracciones que eluyen de la primera dimensión. Uno de los primeros de este tipo fue el modulador longitudinal (*longitudinal modulating cryogenic system*, LMCS) desarrollado por Marriott y col.<sup>19-121</sup>. Dicho modulador utiliza dióxido de carbono para retener y enfocar los analitos en los primeros centímetros de la segunda columna. Posteriormente, el modulador se desplaza dejando la zona enfocada expuesta a la temperatura del horno principal del GC. Así, las fracciones liberadas se inyectan como bandas muy estrechas en la 2D. En el siguiente movimiento del modulador a su posición original éste atrapa nuevos compuestos que eluyen de la primera columna. Las desventajas de este sistema incluyen la limitación en cuanto a la mínima temperatura de enfoque obtenida con el CO<sub>2</sub> (-50°C), insuficiente para el análisis de los analitos más volátiles, así como el desplazamiento constante de la interfase que puede producir la rotura de la columna. Las nuevas generaciones de moduladores criogénicos intentan evitar piezas móviles o emplear movimientos más simplificados.

En los últimos años se han desarrollado diversos moduladores basados en el empleo de dos o más jets o propulsores<sup>113-151</sup>. Estos moduladores, en los que se combina una etapa de enfriamiento con un refrigerante (CO<sub>2</sub> ó N<sub>2</sub>) para atrapar y enfocar los analitos, y otra posterior de desorción por calentamiento para su transferencia a la segunda dimensión, presentan una ventaja principal sobre el LMCS, la de no poseer piezas móviles. A modo de ejemplo, la Figura 3 muestra las distintas etapas en la modulación con cuatro jets. Cuando el primer crioenfoque se activa, el material eluído de la primera columna es retenido (3A). Cuando el crioenfoque 1 se cierra, se abre el primer propulsor caliente y la banda cromatográfica se libera (3B), siendo posteriormente retenida en el segundo punto de crioenfoque (3C). Al apagar este segundo punto de enfoque, el segundo propulsor caliente se activa para transferir la banda enfocada hacia la segunda columna cromatográfica (3D). Este proceso se repite periódicamente a intervalos iguales al tiempo de modulación.



Los criomoduladores han proporcionado las bases para los actuales moduladores, aunque todavía no existe un diseño preferido en cuanto a número de propulsores y, por tanto, en cuanto a número de ciclos enfriamiento-calentamiento.

### 2.1.2. Moduladores de válvula

Los diseños iniciales en este tipo de moduladores asociados al empleo de válvulas de diafragma de seis vías fueron desarrollados por Bruckner y col.<sup>[16]</sup>. Mediante esta interfase se conectaba la D1 con el exterior, mientras que se suministraba un gas auxiliar a la segunda columna. El posterior giro de la válvula hacía transferir durante un breve período de tiempo el efluente de la primera a la segunda columna. Mientras la separación en la D2 tenía lugar, el efluente de la D1 se expulsaba de nuevo al exterior.

La limitación de este modulador en cuanto a la cantidad de muestra transferida a la segunda dimensión (10-20%) se mejoró posteriormente con la introducción de un bucle de carga conectado a la válvula de diafragma, en el que los compuestos que eluyen de la D1 son retenidos antes de su transferencia a la segunda columna<sup>[17]</sup>. Ha existido siempre cierta controversia acerca de la consideración de este modulador en cromatografía “completa”, al sólo transferirse a la D2 aproximadamente un 80% del eluyente de la D1. En el Symposium de Cromatografía Multidimensional Completa que tuvo lugar en Volendam (Holanda) en 2003, se acordó que podía considerarse “*comprehensive*” siempre que la válvula muestreara la primera dimensión con suficiente frecuencia como para considerar que la fracción transferida era representativa de la primera separación.

Las ventajas de los moduladores de este tipo son: (i) el rápido giro de las válvulas permite separaciones muy rápidas en la D2 que dan lugar a bandas de inyección muy estrechas, y (ii) al no estar basada la transferencia de analitos en la diferencia de temperaturas, no se producen pérdidas para los compuestos de alta volatilidad. La principal desventaja del empleo de válvulas es que al no poder aplicarse temperaturas elevadas (máximo de 175°C), no permiten analizar compuestos de baja volatilidad. Además, al poderse introducir sólo una parte del eluyente de la primera a la segunda columna, no resultan adecuados para el análisis de trazas.

Estas limitaciones fueron superadas con una nueva técnica de enfoque introducida por Bueno y Seeley<sup>[18]</sup> basada en el empleo de dos bucles de carga conectados a una válvula de solenoide. Un sistema de cambio neumático permite que el eluyente de la primera dimensión se

retenga en un bucle, mientras que el retenido en el segundo bucle se introduce en la segunda dimensión. El giro periódico de esta válvula permite así que toda la muestra se someta a dos separaciones cromatográficas. La posición de la válvula fuera del horno elimina también la limitación en cuanto al empleo de altas temperaturas y, además, el sistema no contiene partes móviles. Su principal desventaja es la falta de flexibilidad, ya que cualquier cambio en la velocidad de flujo o tiempo de modulación requiere el cambio de los bucles.

Otra de las opciones de modulación es el empleo de sistemas de parada de flujo (modo *stop-flow*). Entre otros, se han desarrollado sistemas de dos columnas en paralelo en la D1, una de las cuales actúa como columna de separación y la otra como *bypass*, unidas por una válvula que permite conectar ambas columnas con la D2 de forma alterna. Al detenerse el flujo periódicamente en la D1, es posible emplear columnas de mayor longitud en la D2, con lo que los tiempos de análisis en esta segunda columna pueden ser mayores que los permitidos con los moduladores anteriores<sup>[19]</sup>.

Aunque en la actualidad los moduladores criogénicos parecen ser la vía más probable de evolución, los sistemas de bucles y los sistemas de parada de flujo permiten la transferencia total de la muestra a la segunda columna, siendo además sistemas compactos, resistentes y económicos. Sin embargo, estos sistemas poseen aún ciertas limitaciones como la falta de versatilidad. Si estos problemas se resuelven en el futuro, la selección de uno u otro tipo de modulador dependerá de su precio, robustez y facilidad de uso.

## 2.2. Detectores

En GC×GC, tanto la separación de los analitos en la D2 como la adquisición de datos de respuesta deben ser rápidas (al menos 100 Hz). Así, la rapidez de respuesta del detector debe ser alta y su volumen interno reducido<sup>[8]</sup>.

En las primeras etapas del desarrollo de la GC×GC, los únicos detectores capaces de proporcionar una adquisición de datos tan rápida eran los detectores de ionización de llama (FID)<sup>[20]</sup>. Aunque estos detectores siguen siendo los más utilizados, desde finales de los años noventa, se han empezado a introducir otros detectores como los de captura electrónica (ECD) de volumen interno reducido o micro-ECD ( $\mu$ ECD)<sup>[21]</sup>. Se han empleado también sistemas de detección selectiva como los detectores de azufre quimioluminiscentes (SCD)<sup>[22, 23]</sup>, los detectores de nitrógeno iónico quimioluminiscentes (NCD)<sup>[24]</sup> o los detectores convencionales de nitrógeno-fósforo (NPD)<sup>[25]</sup>.

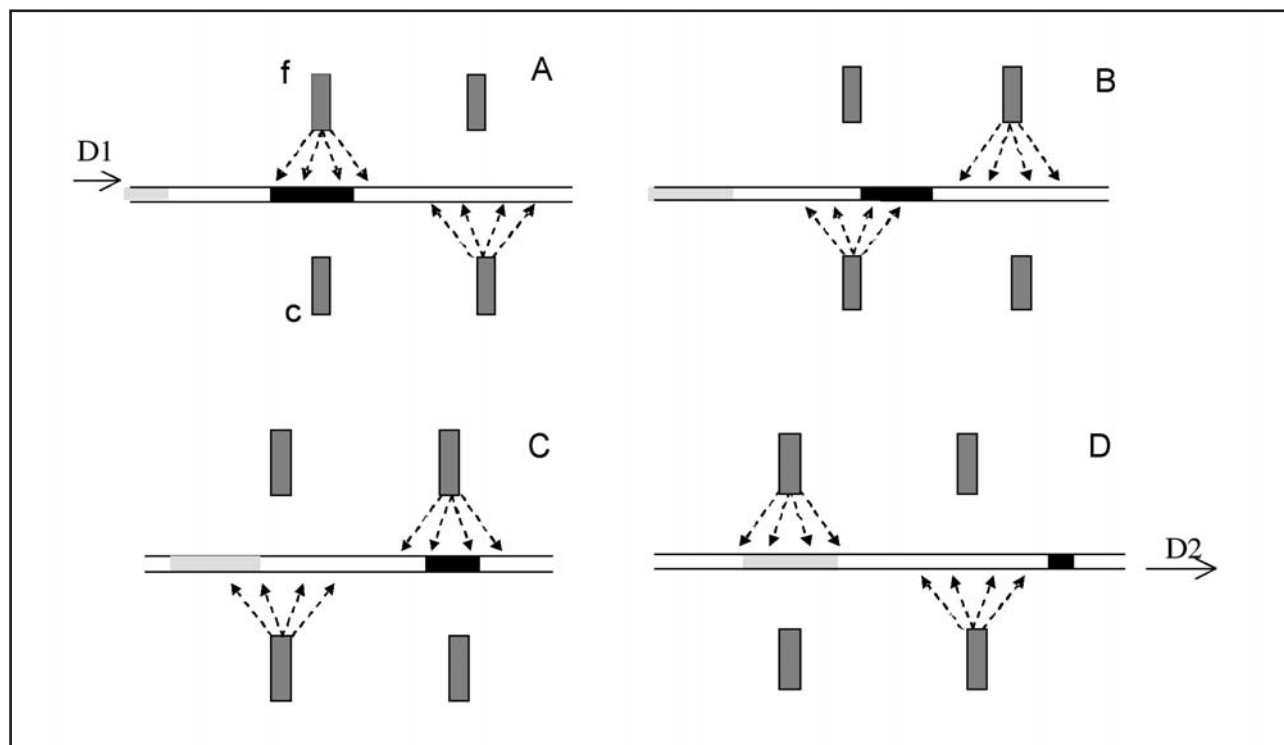
Sin embargo, ninguno de los detectores citados ofrece información estructural. Para conseguirla se incorporó la espectrometría de masas, que puede considerarse como una tercera dimensión dentro de esta técnica. Por su rapidez de registro, el primer sistema que se empleó fue la espectrometría de masas con analizador de tiempo de vuelo (TOF MS)<sup>[26, 27]</sup>. Además del TOF-MS, en GC×GC se pueden emplear también analizadores de cuadrupolo (qMS), aunque es necesario reducir el intervalo de masas barridas debido a la lenta velocidad de adquisición de este analizador<sup>[28]</sup> o trabajar en modo selectivo de iones<sup>[29]</sup>. Recientemente se han dedicado un gran número de estudios a determinar las ventajas y limitaciones del empleo de estos dos últimos detectores<sup>[28, 30]</sup>.

### 2.3. Representación de datos

Como se ha mencionado anteriormente, la modulación en GC×GC da lugar a un mínimo de 3-4 picos estrechos por cada pico en D1, lo que hace que la señal recogida en el detector resulte difícil de interpretar (Figura 2.2). No resulta fácil, especialmente en el caso de mezclas

complejas con un elevado número de componentes, determinar de qué pico de la D1 se ha originado cada uno de los picos de la D2. Para facilitar su visualización, los datos se representan en forma de diagramas bidimensionales o tridimensionales, en los que las retenciones primarias se representan en el eje *x* y las secundarias en el eje *y*. En las representaciones bidimensionales, los picos aparecen como curvas de nivel de color variable según su intensidad (Figura 2.3). Para cuantificar los datos en GC×GC, los picos en la segunda dimensión se integran por separado y luego se suman, obteniéndose así el área total para cada compuesto.

Existen varias dificultades derivadas de la representación e interpretación de datos en GC×GC. Primeramente, hasta hace poco tiempo no existían programas informáticos comerciales para procesar los datos – los investigadores tenían que desarrollar su propio programa. Otro inconveniente es la cantidad de datos generados en el análisis por GC×GC que, dependiendo del tiempo de adquisición, el tipo de detector o la velocidad de registro, puede dar lugar a cientos de megabytes de información.



**Figura 3.** Etapas en la modulación con cuatro propulsores: (A) atrapa en el primer criofoco, (B) desorción por el primer propulsor caliente, (C) atrapa en el segundo criofoco y (D) desorción por el segundo propulsor caliente. f: jet frío, c: propulsor caliente.

Otra dificultad que puede presentarse es que el tiempo de elución de una banda en la segunda dimensión sea mayor que el tiempo de modulación elegido y, como consecuencia de ello, aparezca a un tiempo de retención en la D2 menor que el real. Este proceso, denominado *wrap-around* puede dar lugar a una superposición de bandas cromatográficas.

En cuanto a las ventajas del análisis por GC×GC, cabe citar que todos los compuestos en la mezcla analizada poseen dos tiempos de retención, lo que hace que las identificaciones basadas en tiempo de retención resulten más fiables que en 1DGC.

Otra de las características de la GC×GC es que familias de compuestos que comparten una misma estructura o propiedad aparecen como bandas diferenciadas en el plano bidimensional, dando lugar al denominado efecto tejado o *roof tile effect* (Figura 4), lo que proporciona una ayuda para su identificación.

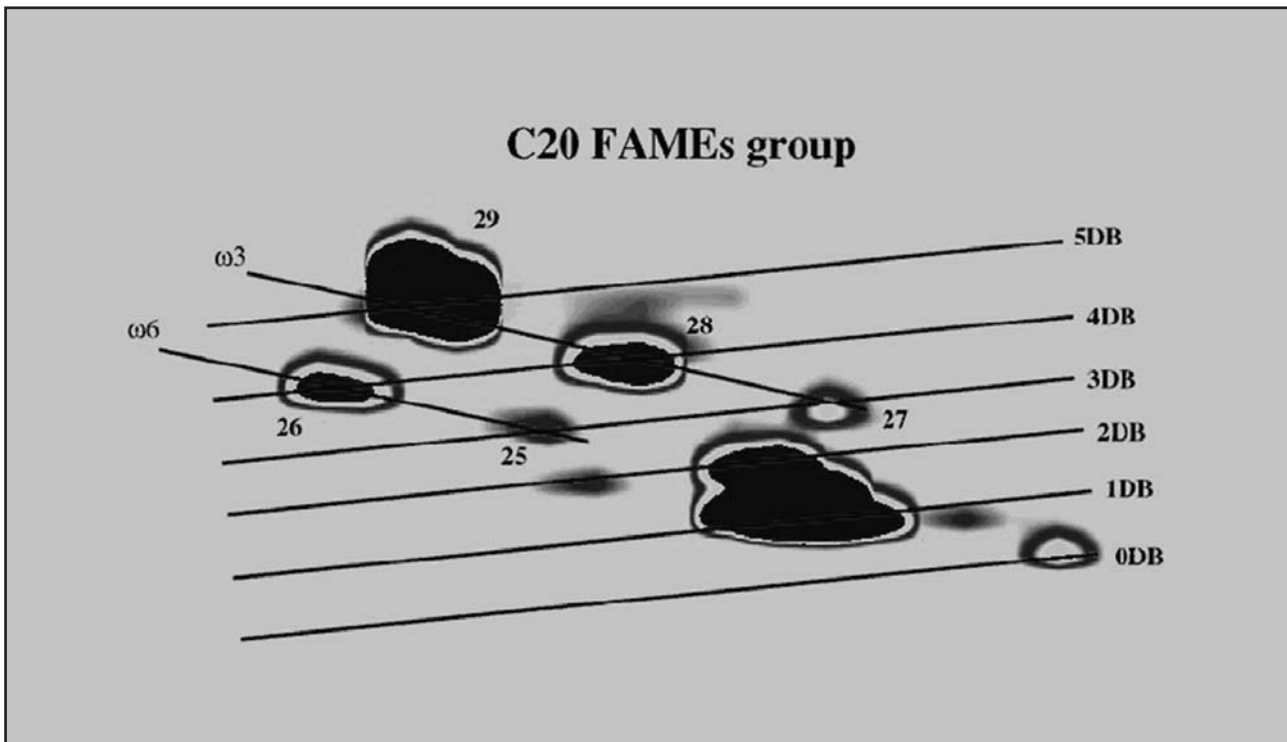
### 3. APLICACIONES

La GC×GC es una técnica muy versátil que puede aplicarse a la separación de mezclas complejas de diversa naturaleza. Dentro del área de ciencia y tecnología de los alimentos, la GC×GC ha demostrado su capacidad para la separación con distintos fines analíticos de componentes de los alimentos (aromas, lípidos, etc) difíciles o imposibles de resolver mediante GC monodimensional.

#### 3.1. Aromas y aceites esenciales

El estudio del aroma de los alimentos se basa principalmente en la extracción, preconcentración y análisis de pequeñas cantidades de compuestos volátiles de muy diversa funcionalidad. La GC×GC constituye por tanto una herramienta muy adecuada para el análisis de la gran variedad de estos compuestos presentes en alimentos.

Di y col.<sup>[31]</sup> demostraron que el fraccionamiento del espacio de cabeza por microextracción en fase sólida acoplado al análisis por cromatografía de gases completa en



**Figura 4.** Sección del perfil cromatográfico en 2D obtenido por GC×GC de los ésteres metílicos de los ácidos grasos (FAMES) C20 del aceite de hígado de bacalao. Dobles enlaces (DB), posición del doble enlace ( $\omega$ ). 25-29: picos cromatográficos correspondientes a FAMES C20 que eluyen consecutivamente en el análisis convencional por GC de esta muestra. Esta figura fue publicada por Mondello y col.<sup>[39]</sup>. Reproducida con permiso de Elsevier.

dos dimensiones (HS-SPME-GC×GC) es una técnica que proporciona gran sensibilidad y poder de separación para el análisis con fines de autenticación o de control de calidad de aceites esenciales obtenidos a partir de plantas medicinales. Así, el análisis por GC×GC-FID de más de 20 compuestos volátiles característicos del jengibre, principalmente sesquiterpenos y sus derivados oxigenados, permitió detectar su presencia en mezclas de dos y cuatro plantas medicinales, con una sensibilidad entre 20-30 veces mayor que en el análisis por 1D GC.

HS-SPME y GC×GC-FID se han empleado también para caracterizar la fracción volátil del jengibre fresco y cristalizado, posibilitando la identificación de 36 de los 125 compuestos detectados<sup>[32]</sup>. Comparada con la muestra fresca, la muestra cristalizada contenía menos componentes de volatilidad alta, mientras que los compuestos menos volátiles se encontraban en niveles comparables en ambas muestras.

Mondello y col.<sup>[33]</sup> analizaron por SPME-GC×GC la composición de la fracción volátil de los granos tostados de dos variedades de café (*Robusta* y *Arábica*), con el fin de estudiar la posible aplicación de esta metodología a la evaluación de la calidad del café y a la detección de posibles fraudes comerciales. A diferencia de GC-MS, donde únicamente pueden resolverse unos 200 volátiles, los perfiles cromatográficos obtenidos por GC×GC-FID de las muestras de café analizadas mostraron la separación de aproximadamente 1.000 analitos. Si bien la composición en pirazinas resultó similar en ambas variedades, las diferencias principalmente cuantitativas en compuestos derivados del furano, en  $\gamma$ -butirolactona, maltol, etc, permitirían la discriminación de mezclas de café de distinta composición.

Mientras que en GC×GC tradicionalmente se emplean combinaciones de columnas apolar × polar, la utilización de una columna polar en D1 y una menos polar o apolar en D2, da lugar también a separaciones interesantes para determinadas aplicaciones. Así, el empleo de la combinación de una columna polar BP21 (30 m x 0,25 mm x 0,25  $\mu$ m) × una columna de polaridad media BPX35 (1 m x 0,10 mm x 0,12  $\mu$ m), junto con la utilización de un detector de masas de tiempo de vuelo, permitió eliminar las interferencias debidas a la matriz de la muestra (propilenglicol) que impedían el análisis de algunos analitos de interés en extractos de vainilla, así como la identificación inequívoca de algunos compuestos no detectables por 1D-GC<sup>[34]</sup>. En el caso del análisis de los compuestos volátiles del aceite de oliva, el empleo de ambas aproximaciones (convencional y reversa) dio lugar a resultados complementarios, estando en general indica-

do el empleo de una columna polar en la D1 para el análisis de los compuestos más polares, y el de una apolar para la separación eficaz de los analitos más apolares de la matriz polar del aceite<sup>[34]</sup>.

Bianchi y col.<sup>[35]</sup> evaluaron también el empleo de distintas combinaciones de columnas en la separación por SPME seguida de GC×GC-TOF MS de los componentes de la fracción volátil de un sucedáneo de café (malta). La combinación de una columna polar (DB-WAX) en D1 y una apolar (BPX-50) en D2 permitió la identificación de 64 compuestos, frente a los 39 identificados con una combinación de columnas apolar × polar, probando la utilidad de la combinación reversa en la caracterización de muestras complejas que contengan un elevado número de compuestos semipolares o de alta polaridad. Asimismo, Čajka y col.<sup>[36]</sup> llevaron a cabo un estudio de las condiciones óptimas de operación en el análisis automatizado por SPME seguido de GC×GC-TOF MS de los componentes volátiles de la miel. La combinación de una fibra de SPME con fase estacionaria divinilbenceno/carboxen/polidimetilsiloxano (DVB/CAR/PDMS, 50/30  $\mu$ m) con un set de columnas DB-5ms × Supelcowax-10 permitió la identificación de 164 compuestos volátiles. Una ventaja adicional del empleo de la GC×GC para el análisis de volátiles en miel es la reducción de hasta 4 veces del tiempo de análisis con respecto a los métodos basados en GC convencional. Los cromatogramas estructurados obtenidos por GC×GC constituyen además una herramienta adicional para la confirmación de la identidad de analitos tentativamente identificados en base a su espectro de masas e índice de retención en 1D-GC.

### 3.2. Lípidos

Los lípidos son componentes básicos de los organismos vivos debido a su importancia metabólica, su capacidad de almacenar energía y sus propiedades estructurales. La mayoría de los lípidos son mezclas complejas de distintas clases de compuestos como triglicéridos, esteroides, ácidos grasos libres, alcoholes alifáticos, etc. Las técnicas de separación cromatográficas monodimensionales no pueden resolver por sí solas todos los isómeros de estos ácidos<sup>[37]</sup>. Sin embargo, el empleo de la GC×GC facilita su separación.

El análisis por GC de ácidos grasos requiere la obtención previa de sus ésteres metílicos (FAMEs). De Geus y col.<sup>[38]</sup> estudiaron la composición del aceite de arenque utilizando GC×GC-FID. Los FAMEs se consiguieron separar en función del número de dobles enlaces. Además, los ácidos grasos con el mismo número de carbonos eluyeron como grupos diferenciados dando lugar

al anteriormente denominado efecto tejado. De forma similar, Mondello y col.<sup>[37,39]</sup> analizaron por GC×GC aceite de hígado de bacalao y determinaron la identidad de los distintos FAMES gracias a su separación en función del número de dobles enlaces (DB) y la posición de los mismos ( $\omega$ ). Como se muestra en la Figura 4, correspondiente a los FAMES C20, es posible trazar diagonales en función de la estructura química de dicho compuesto que ayudan a su caracterización.

Para evitar coeluciones e interferencias en el análisis de lípidos por GC, en muchas ocasiones es necesario llevar a cabo fraccionamientos en varias etapas antes de su determinación. Jover y col.<sup>[27]</sup> desarrollaron una nueva metodología basada en GC×GC- $\mu$ TOF MS para la caracterización de mezclas complejas de lípidos sin fraccionamiento previo. En cuanto al método de análisis, dichos autores probaron 5 combinaciones distintas de columnas con dimensiones y fases estacionarias diferentes, 4 de ellas convencionales y 1 reversa. El empleo de una columna 95% dimetil-5% difenilpolisiloxano (10m x 0,25mm x 0,25 $\mu$ m) en D1 y 50% fenilpolisilfenilensiloxano (1m x 0.10mm x 0.10  $\mu$ m) en D2 permitió obtener separaciones adecuadas para la mayoría de los alcoholes alifáticos (FALs) y FAMES analizados. Se ensayaron también tres métodos de derivatización distintos (metilación, metilación-sililación y sililación), concluyéndose que el proceso de derivatización en dos pasos –metilación-sililación– mejoraba las propiedades cromatográficas de los compuestos de interés y ayudaba a obtener cromatogramas estructurados para estos compuestos.

### 3.3. Pesticidas

Cada vez son más numerosas las aplicaciones de la GC×GC relacionadas con el análisis de pesticidas en alimentos, principalmente debido a que la complejidad de las muestras impide obtener separaciones aceptables con una sola dimensión y a que estos compuestos se encuentran en concentraciones traza.

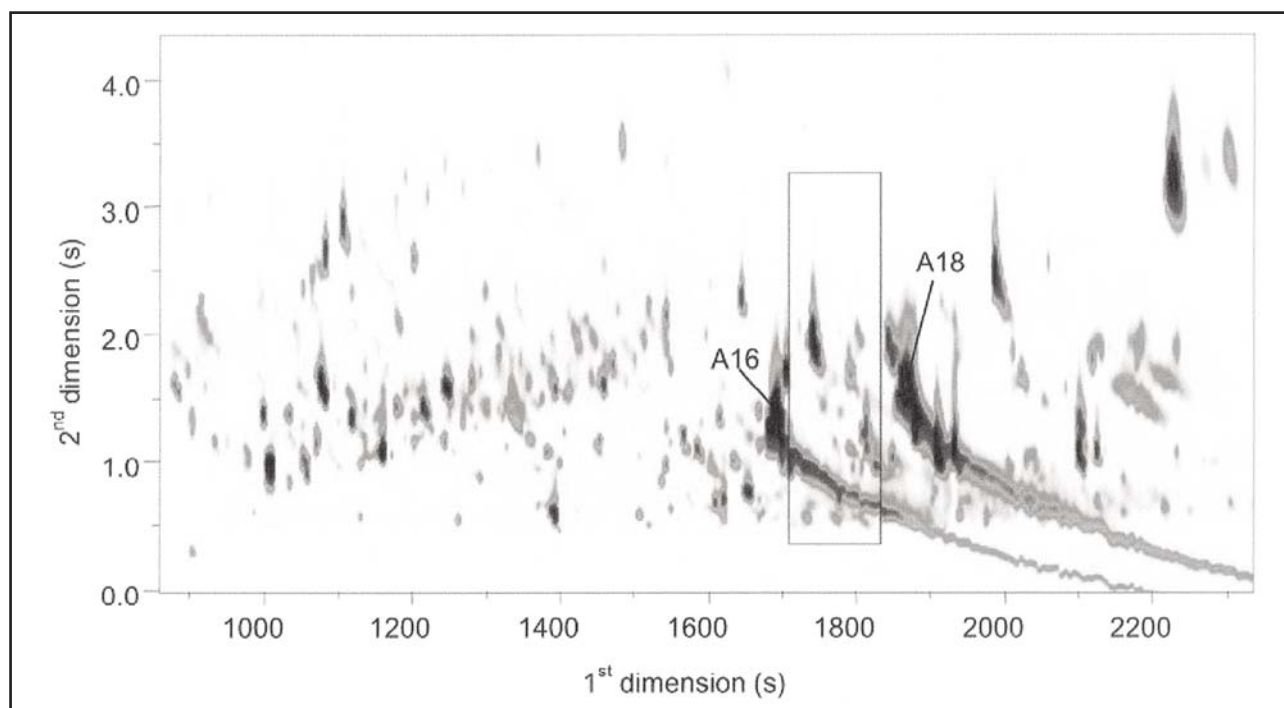
Como ejemplo de las ventajas de la GC×GC sobre la 1D-GC en relación a la resolución, Dallüge y col.<sup>[40]</sup> analizaron por GC×GC-TOF MS y por GC-MS los pesticidas presentes a niveles traza en extractos de zanahoria y apio. El análisis en una dimensión no permitió la separación completa de los 58 pesticidas en estudio, existiendo interferencias tanto entre los analitos como con la matriz. El análisis por GC×GC permitió, sin embargo, la separación completa y la identificación de los compuestos de interés, como puede observarse en la Figura 5 para el extracto de zanahoria. Los dos picos con cola de mayor intensidad correspondieron a los ácidos hexadecanoico

(A16) y octadecadienoico (A18). El enfoque durante la modulación en GC×GC permitió que las colas de estos compuestos pudieran detectarse de forma bien definida, a diferencia de la separación en 1D, donde las colas de dichos picos formaban parte del elevado ruido de fondo del cromatograma. La deconvolución de los datos de masas proporcionó también una ayuda adicional a la separación cromatográfica en la identificación de algunos pesticidas que coelúan en el análisis por GC×GC.

Bordajandi y col.<sup>[41]</sup> intentaron la separación enantiomérica de 19 bifenilos policlorados (PCBs) quirales en leche, queso y salmón mediante GC×GC- $\mu$ ECD. Se probaron tres columnas comerciales enantioselectivas de ciclodextrinas (Chirasil-Dex, BGB-172 y BGB-176SE) como primera dimensión y se combinaron con tres columnas no enantioselectivas como D2 (HT-8, BPX-50 y Supelcowax-10). Cada columna enantioselectiva permitió la separación de diferentes congéneres de PCBs, pero en todos los casos el uso de Supelcowax-10 como D2 dió lugar a los resultados más satisfactorios. El uso de GC×GC- $\mu$ ECD permitió también la separación de la mayoría de los PCBs quirales estudiados de otros compuestos organoclorados presentes en muestras reales de alimentos.

Zrostliková y col.<sup>[26]</sup> emplearon la GC×GC-TOF MS para mejorar la separación de la matriz así como la detección de 20 pesticidas en muestras de manzana y melocotón. Los límites de detección (LOD) encontrados para la mayoría de los compuestos fueron inferiores a 10 ng/mL, aumentando la sensibilidad entre 1,5 y 50 veces en comparación con el análisis en 1D.

Se ha estudiado también la influencia del detector en el análisis por GC×GC. Así, Khummueng y col.<sup>[42]</sup> compararon los resultados obtenidos en el análisis de nueve pesticidas con nitrógeno (ocho de ellos clorados) adicionados a extractos de coles de Bruselas, mediante GC×GC-NPD y GC×GC- $\mu$ ECD. El análisis por GC×GC-NPD presentó límites de detección y cuantificación bajos, inferiores a 74 y 246 ng/L, así como desviaciones estándar relativas de entre 2-8% para la reproducibilidad intra-día e inter-día del área y altura de pico. El análisis por GC×GC, además de permitir la separación de los fungicidas del resto de componentes de la matriz del extracto vegetal, permitió también evidenciar la descomposición de un pesticida (iprodiona), que daba lugar en el cromatograma en dos dimensiones a una cola entre la señal del analito y su producto de descomposición. El empleo de  $\mu$ ECD proporcionó picos ligeramente más anchos que el NPD debido al mayor tiempo de residencia del soluto en la célula del detector. Sin embargo, la sensibilidad de detección del  $\mu$ ECD resultó ser superior a la del NPD.



**Figura 5.** Perfil cromatográfico en 2D obtenido por GC×GC-TOF MS en el análisis de pesticidas en un extracto de zanahoria. Esta figura fue publicada por Dallüge y col. <sup>[40]</sup>. Reproducida con permiso de Elsevier.

### 3.4. Varios

Aunque en menor medida, la GC×GC se ha empleado también para el análisis de otros compuestos de interés dentro del área de ciencia y tecnología de alimentos tales como los aminoácidos. Mayadunne y col. <sup>[43]</sup> observaron que la combinación de una columna polar en D1 y una apolar en D2 ofrecía una mejor separación de los aminoácidos, tanto naturales como no naturales, derivatizados empleando alquilcloroformato, así como su separación de impurezas presentes en las muestras. Esta metodología se aplicó a la determinación de aminoácidos en muestras de miel, vino y cerveza, siendo la prolina el aminoácido mayoritario en todas ellas. La linealidad en la detección de aminoácidos derivatizados fue buena en un intervalo de concentraciones de 3 órdenes de magnitud, con LODs típicos de 0,01 mg/L, muy inferiores a los obtenidos en GC convencional (0,5 mg/L). La reproducibilidad del método, incluyendo tanto la derivatización de la muestra como el análisis, fue aceptable (inferior al 10% para la mayoría de aminoácidos estudiados).

La falta de resolución en el análisis por 1D-GC de disacáridos y trisacáridos en algunas muestras de alimentos ha hecho plantear la necesidad del empleo de técnicas multidimensionales como la GC×GC para

mejorar su separación. Así, en la actualidad se está llevando a cabo en nuestro laboratorio un estudio para predecir el comportamiento cromatográfico en cuanto a tiempo de retención y anchura de pico que se obtendría en el análisis de estos carbohidratos por GC×GC, con el fin de facilitar la selección de las condiciones óptimas de análisis para estos compuestos (datos no mostrados).

### 4. CONCLUSIÓN

Son muchos los beneficios en cuanto a mayor resolución, sensibilidad, etc proporcionados por la GC×GC respecto a la 1D-GC para el análisis de muestras complejas. La posible obtención de cromatogramas ordenados para compuestos con estructura química o propiedades similares, así como la utilización del tiempo de retención en la segunda dimensión como criterio adicional en la confirmación de la identificación, suponen también una mejora sobre la 1D-GC que facilita la identificación de compuestos desconocidos. Todas estas ventajas hacen predecir que esta técnica, una vez superados las limitaciones actuales en cuanto al funcionamiento del modulador, tratamiento de datos y coste de la instrumentación, pueda ser empleada para el análisis de rutina de los componentes de los alimentos.

## AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la Comunidad de Madrid (proyecto 200670M027) y la CICYT (proyecto CTQ2006-14993/BQU). Michal Brokl agradece a la Comunidad de Madrid por el contrato de apoyo a la investigación.

## BIBLIOGRAFÍA

- R. Condsen, A.H. Gordon, A.J. Martin, *J. Biochem.* 38 (1944) 224.
- L.R. Bordajandi, P. Korytár, J. de Boer, M.J. Gonzalez *J. Sep. Sci.* 28 (2005) 163.
- C.J. Venkatramani, J.Z. Xu, J.B. Phillips, *Anal. Chem.* 68 (1996) 1486.
- R.E. Murphy, M.R. Schure, J.P. Foley, *Anal. Chem.* 70 (1998) 1585.
- J.V. Seeley, *J. Chromatogr. A* 962 (2002) 21.
- J.B. Phillips, E.B. Ledford, *Field Anal. Chem. Tech.* 1 (1996) 23.
- J.B. Phillips, R.B. Gaines, J. Blomberg, F.W.M. van der Wielen, J.M. Dimandja, V. Green, J. Granger, D. Patterson, L. Racovalis, H.-J. de Geus, J. de Boer, P. Haglund, J. Lipsky, V. Sinha, E.B. Ledford, *J. High Resol. Chromatogr.* 22 (1999) 3.
- J. Dallüge, J. Beens, U.A.Th. Brinkman, *J. Chromatogr. A* 1000 (2003) 69.
- P.J. Marriott, R.M. Kinghorn, R. Ong, P. Morrison, P. Haglund, M. Harju, *J. High Resolut. Chromatogr.* 23 (2000) 253.
- R.M. Kinghorn, P.J. Marriott, *J. High Resolut. Chromatogr.* 22 (1999) 235.
- P.J. Marriott, R.M. Kinghorn, *Trends Anal. Chem.* 18 (1999) 114.
- P.J. Marriott, R.M. Kinghorn, *J. Chromatogr. A* 866 (2000) 203.
- J. Beens, M. Adahchour, R.J.J. Vreuls, K. van Altna, U.A.Th. Brinkman, *J. Chromatogr. A* 919 (2001) 127.
- M. Kallio, T. Hyötyläinen, M. Jussila, K. Hartonen, S. Palonen, M. Shimmo, M.L. Riekkola, *Anal. Bioanal. Chem.* 375 (2003) 725.
- T. Hyötyläinen, M. Kallio, K. Hartonen, M. Jussila, S. Palonen, M.-L. Riekkola, *Anal. Chem.* 74 (2002) 4441.
- C.A. Bruckner, B.J. Prazen, R.E. Synovec, *Anal. Chem.* 70 (1998) 2796.
- J.V. Seeley, F. Kramp, C.J. Hicks, *Anal. Chem.* 72 (2000) 4346.
- P.A. Bueno, Jr., J.V. Seeley, *J. Chromatogr. A* 1027 (2004) 3.
- J. Harynuk, T. Górecki, *J. Sep. Sci.* 27 (2004) 431.
- M. Adahchour, J. Beens, R.J.J. Vreuls, U.A.Th. Brinkman, *Trends Anal. Chem.* 25 (2006) 540.
- M. Harju, P. Haglund, *J. Microcol. Sep.* 13 (2001) 300.
- F.C.Y. Wang, W.K. Robbins, F.P. Di Sanzo, F.C. McElroy, *J. Chromatogr. Sci.* 41 (2003) 519.
- R. Hua, J. Wang, H. Kong, J. Liu, X. Lu, G. Xu, *J. Sep. Sci.* 27 (2004) 691.
- F.C.Y. Wang, W.K. Robbins, M.A. Greaney, *J. Sep. Sci.* 27 (2004) 468.
- D. Ryan, P. Marriott, *J. Sep. Sci.* 29 (2006) 2375.
- J. Zrostlíková, J. Hajšlová, T. Čajka, *J. Chromatogr. A* 1019 (2003) 173.
- E. Jover, M. Adahchour, J.M. Bayona, R.J.J. Vreuls, U.A.Th. Brinkman, *J. Chromatogr. A* 1086 (2005) 2.
- R.A. Shellie, P.J. Marriott, *Analyst* 128 (2003) 879.
- C. Debonneville, A. Chaintreau, *J. Chromatogr. A* 1027 (2004) 109.
- D. Ryan, R. Shellie, P. Tranchida, A. Casilli, L. Mondello, P. Marriott, *J. Chromatogr. A* 1054 (2004) 57.
- X. Di, R.A. Shellie, P.J. Marriott, C.W. Huie, *J. Sep. Sci.* 27 (2004) 451.
- Y. Shao, P. Marriott, R. Shellie, H. Hügel, *Flavour Fragr. J.* 18 (2003) 5.
- L. Mondello, A. Casilli, P.Q. Tranchida, P. Dugo, R. Costa, S. Festa, G. Dugo, *J. Sep. Sci.* 27 (2004) 442.
- M. Adahchour, J. Beens, R.J.J. Vreuls, A.M. Batenburg, U.A.Th. Brinkman, *J. Chromatogr. A* 1054 (2004) 47.
- F. Bianchi, M. Careri, C. Conti, M. Musci, R. Vreuls, *J. Sep. Sci.* 30 (2007) 527.
- T. Čajka, J. Hajšlová, J. Cochran, K. Holadová, E. Klimánková, *J. Sep. Sci.* 30 (2007) 534.
- L. Mondello, A. Casilli, P.Q. Tranchida, P. Dugob, G. Dugo *J. Chromatogr. A* 1019 (2003) 187.
- H.J. de Geus, I. Aidos, J. de Boer, J.B. Luten, U.A.Th. Brinkman, *J. Chromatogr. A* 910 (2001) 95.
- L. Mondello, P.Q. Tranchida, P. Dugo, G. Dugo, *J. Pharmaceut. Biomed. Anal.* 41 (2006) 1566.
- J. Dallüge, M. van Rijn, J. Beens, R.J.J. Vreuls, U.A.Th. Brinkman, *J. Chromatogr. A* 965 (2002) 207.
- L.R. Bordajandi, L. Ramos, M.J. González, *J. Chromatogr. A* 1078 (2005) 128.
- W. Khummueng, C. Trenerry, G. Rose, P.J. Marriott, *J. Chromatogr. A* 1131 (2006) 203.
- R. Mayadunne, T.T. Nguyen, P.J. Marriott, *Anal. Bioanal. Chem.* 382 (2005) 836.

# NOTICIAS DE LA SECyTA

## PRÓXIMA REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA

**VII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA)**, XXXVI Reunión del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA), que se celebrará en Granada, del 17 al 19 de Octubre de 2007, organizada por el Departamento de Química Analítica de la Universidad de Granada

### Invitación

En nombre del Comité Organizador, nos gustaría invitar a la comunidad científica a asistir a la 7ª Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines, que tendrá lugar en Granada (Facultad de Ciencias, Avda. Fuentenueva s/n), del 17 al 19 de Noviembre de 2007.

El Symposium cubrirá los aspectos fundamentales, nuevas tendencias, desarrollos y aplicaciones de la cromatografía de gases, cromatografía de líquidos, electroforesis capilar y otras técnicas microanalíticas, analíticas y preparativas de separación, incluyendo diferentes sistemas de detección y preparación de muestras. Las sesiones científicas se centrarán en:

- Análisis de Alimentos
- Análisis Farmacéutico y Biomédico
- Análisis Medioambiental
- Fundamentos y Quimiometría
- Desarrollos Instrumentales / Nuevas Tendencias y Miniaturización

Se dedicarán sesiones monográficas a cada uno de esos temas. El programa científico incluirá sesiones plenarias, conferencias invitadas, presentaciones orales y presentaciones en forma de póster.

Previamente, en la misma sede, el 16 de octubre tendrá lugar el I Workshop de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM).

### Comité Científico

*Ana M. García Campaña*, Univ. de Granada (España)  
*Mehran Alaee*, National Water Research Institute (Canadá)  
*Willy R.G. Baeyens*, Ghent University (Bélgica)  
*Alejandro Cifuentes Gallego*, CSIC-Madrid (España)  
*Agustín Costa García*, Univ. de Oviedo (España)

*José Carlos Díez-Masa*, CSIC-Madrid (España)  
*Laurent B. Fay*, Nestlé Research Center – Lausana (Suiza)  
*Mercedes de Frutos Gómez*, CSIC-Madrid (España)  
*Cristina Legido-Quigley*, King's College London (Reino Unido)  
*Luigi Mondello*, Università degli Studi di Messina (Italia)  
*Christian Neusüß*, Aalen University (Alemania)  
*Mª Cruz Ortiz Fernández*, Univ. de Burgos (España)  
*Mira Petrovic*, IIQAB-CSIC-Barcelona (España)  
*Ángel Ríos Castro*, Univ. de Castilla La Mancha (España)  
*Jesús Sanz Perucha*, CSIC-Madrid (España)  
*Jean-Louis Viovy*, CNRS / Curie Institute-París (Francia)  
(otros miembros por confirmar)





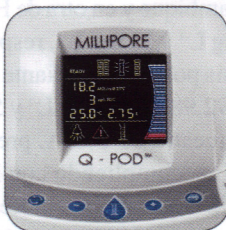
MILLIPORE

# Agua ultrapura al alcance de la mano



Un único equipo

Hasta tres puntos de uso



Filtros finales

Calidad bajo control

El nuevo dispensador Q-POD™

(Quality-Point-of-Delivery) le garantiza agua ultrapura de la calidad precisa, siempre al alcance de su mano.

Basta con elegir el filtro final adecuado.

El nuevo sistema Milli-Q® Advantage elimina específicamente los contaminantes que afectan a sus resultados.

Consultémos llamando al 901 516 645.

Descubra ahora el nuevo sistema Milli-Q Advantage  
en [www.millipore.com/advantage](http://www.millipore.com/advantage)

## Comité Organizador

**Presidencia:** Ana M. García Campaña, Univ. de Granada (España)

**Secretaria:** Laura Gámiz Gracia, Univ. de Granada (España)

### Miembros:

Fermín Alés Barrero, Univ. de Granada

Juan M. Bosque Sendra, Univ. Granada

Carmen Cruces Blanco, Univ. de Granada

Antonio González Casado, Univ. de Granada

José F. Huertas Pérez, Univ. de Granada

Begoña Jiménez Luque, CSIC-Madrid

Francisco J. Lara Vargas, Univ. de Granada

Jorge J. Soto Chinchilla, Univ. de Granada

Mercedes Torre Roldán, Univ. de Alcalá, Madrid

(otros miembros por confirmar)

## Inscripción a la VII Reunión Científica de la SECyTA

	Antes del 20/09/2007	Después del 20/09/2007
Participantes	420 €	450 €
Miembros de la SECyTA	350 €	380 €
Estudiantes <sup>(1)</sup>	170 €	200 €
1 Día <sup>(2)</sup>	150 €	180 €

Libro de resúmenes, cafés, almuerzos y cena de gala incluidos.

<sup>(1)</sup> Será necesario demostrar la condición de estudiante.

<sup>(2)</sup> Libro de resúmenes, cafés y almuerzo incluidos.

## Inscripción conjunta Reunión Científica de la SECyTA y Workshop de la SEEM

	Antes del 20/09/2007	Después del 20/09/2007
Participantes	570 €	600 €
Miembros de SECyTA y SEEM	400 €	430 €
Miembros de SECyTA / NO SEEM	445 €	475 €
SEEM / NO SECyTA	525 €	555 €
Estudiantes <sup>(1)</sup>	200 €	230 €

Libro de resúmenes, cafés, almuerzos y cena de gala incluidos.

<sup>(1)</sup> Será necesario demostrar la condición de estudiante.

## Becas para estudiantes de tercer ciclo

Los estudiantes en fase de desarrollo de proyecto de Tesis Doctoral o trabajos de investigación en universidades o centros de investigación, que sean miembros de la SECyTA, podrán solicitar una Beca a la Organización del Congreso. El formulario de solicitud y los requisitos para pedir la Beca aparecen en la Página Web del Congreso.

## Fechas clave

30 Mayo 2007	Segunda circular y envío de resúmenes
25 Junio 2007	Fin del plazo para la admisión de resúmenes incluidos en el libro de resúmenes
20 Julio 2007	Aceptación de resúmenes
15 Septiembre 2007	Programa Definitivo y fin del plazo para la admisión de resúmenes de última hora (no incluidos en el libro de resúmenes)
20 Septiembre 2007	Fin del plazo de inscripción reducida
16 Octubre 2007	I Workshop SEEM
17-19 Octubre 2007	VII Reunión Científica SECyTA

## Viaje y Alojamiento

Para cualquier información acerca del viaje o información adicional sobre el alojamiento, contactar con la agencia de viajes:

VIAJES EL CORTE INGLES, S.A. DIVISIÓN CONGRESOS

C/ San Antón, 67, 1º A – 18005 Granada,

Tlf.: 958 536820 - 958 536821 - Fax: 958 254892

E-mail: congresosgranada@viajeseci.es

(Persona de contacto: IRENE ROLDÁN)

## Contacto con los organizadores del Congreso

Correo electrónico: secyta2007@ugr.es

Correo postal a la atención de:

Dra. Ana M. García Campaña,

Dpto. Química Analítica, Facultad de Ciencias,

Avda. Fuentenueva s/n.

E-18071 Granada (España)

Fax: 34 958 249510

## Página Web del Congreso:

<http://www.ugr.es/local/secyta2007>

**Programa Preliminar (Conferencias Plenarias e Invitadas)**

*Dr. Christian Neusüß*, Univ. de Aalen (Alemania)

Título: Análisis de glicoproteínas mediante CE-MS

*Dr. Ángel Ríos Castro*, Univ. de Castilla La Mancha (España)

Título: La integración del tratamiento de muestras con sistemas analíticos electroforéticos: aproximaciones y principales retos

*Dr. Agustín Costa García*, Univ. de Oviedo (España)

Título: Microchips de electroforesis capilar con detección electroquímica: diseño y aplicaciones

*Dr. Mehran Alaei*, National Water Research Institute (Canadá)

Título: Aplicaciones de LC/MS en análisis medioambiental

*Dr. Jesús Sanz Perucha*, Instituto de Química Orgánica General - CSIC (España)

Título: Cromatografía y estadística en el análisis de alimentos

*Dr. Luigi Mondello*, Università degli Studi di Messina (Italia)

Título: Comprehensive chromatography techniques (LCxLC, GCxGC) coupled to mass spectrometry for the separation of complex mixtures

*Dr. Cristina Legido-Quigley*, King's College London (Reino Unido)

Título: Aplicaciones en metabolómica usando UPLC-MS

*Dr. Jean-Louis Viovy*, CNRS/Curie Institute – París (Francia)

Título: Self-assembled magnetic particles in lab-on-chips as sieves, affinity columns and microreactors

*Dr. Mira Petrovic*, IQAB-CSIC, Barcelona (España)

Título: Cromatografía líquida acoplada con espectrometría de masas: una potente herramienta para la determinación de fármacos en aguas

*Dr. M<sup>a</sup> Cruz Ortíz Fernández*, Univ. de Burgos (España)

Título: ¿Por qué la quimiometría puede ser útil en cromatografía?

*Dr. Laurent B. Fay*, Nestlé Research Center - Lausana (Suiza)

Título: Application of Proteomics and Metabolomics to Nutrition Research

**Asamblea de la SECyTA**

Durante esta reunión, se celebrará la Asamblea anual de la SECyTA, dentro de la cual se procederá a la preceptiva renovación parcial de su Junta de Gobierno.

**NUEVOS SOCIOS**

Domínguez Vega, Elena  
Dpto. de Química Analítica e Ing. Química  
Facultad de Química, Universidad de Alcalá  
Ctra. A2, Madrid-Barcelona, Km. 33,600  
28871 Alcalá de Henares (MADRID)

Gámiz Gracia, Laura  
Dpto. de Química Analítica  
Facultad de Ciencias, Universidad de Granada  
Campus Fuentenueva s/n  
18071 GRANADA

García Campaña, Ana M<sup>a</sup>  
Dpto. de Química Analítica  
Facultad de Ciencias, Universidad de Granada  
Campus Fuentenueva s/n  
18071 GRANADA

Muñoz Aranz, Juan  
Dpto. de Análisis Instrumental y Química Ambiental  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
C/ Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Pena Abaurrea, Miren  
Dpto. de Análisis Instrumental y Química Ambiental  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
C/ Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

# Sin Limites.

Nuevo Sistema LC de Alta-Velocidad Accela™. Separaciones convencionales y U-HPLC en un instrumento eficiente e ilimitado.

El análisis de muestras se ha hecho más fácil, más rápido, y más fiable. El innovador sistema LC Accela de Thermo, te permite realizar separaciones en una amplísima gama de flujos y presiones —todo en un solo instrumento.

- Desde presiones convencionales HPLC hasta 15.000 psi
- Volumen muerto de sólo 65 µL para una rápida transferencia de gradientes complejos desde la bomba a la columna
- Prestaciones optimizadas para columnas de tamaño de partícula inferior a dos micras, Hypersil GOLD™ incluidas

Visita [www.thermo.com/accela](http://www.thermo.com/accela) para ver como la combinación del Accela con tu espectrómetro de masas puede ofrecer rendimiento ilimitado y máxima productividad a tu laboratorio.

Thermo Scientific, antes Thermo Electron Corporation, es una marca de Thermo Fisher Scientific.

#### Thermo Fisher Scientific

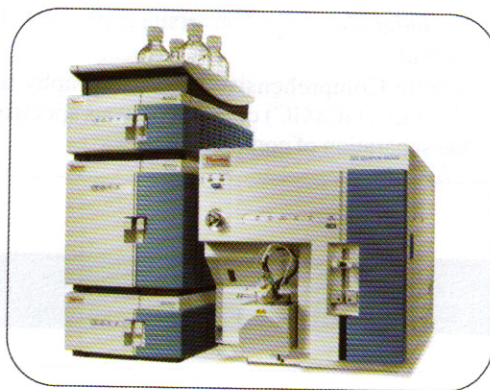
Madrid: Sepúlveda, 7 A - 28108 Alcobendas

Tel. 914 845 965 - Fax 914 843 598

Barcelona: Acero, 30-32, Plta. 2 Mód 3 - 08038 Barcelona

Tel. 932 230 918 - Fax 932 230 982

[www.thermo.com](http://www.thermo.com) · [analyze.es@thermofisher.com](mailto:analyze.es@thermofisher.com)



Sensibilidad, resolución y reproducibilidad incomparables en análisis de muestras



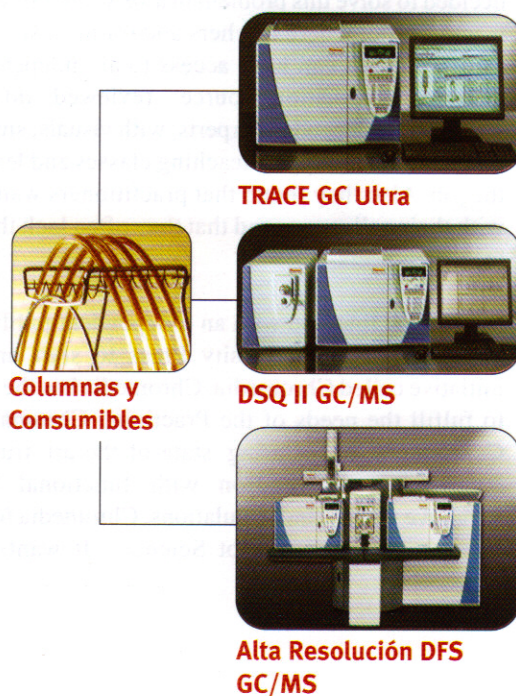
## Cromatografía de Gases ...Soluciones a Todos los Niveles

Thermo Scientific, la marca líder en tecnología de Cromatografía de Gases, presenta la última generación de instrumentos – desde GC a GC/MS de Alta Resolución – que ofrecen fiabilidad, productividad, prestaciones, y soluciones de automatización a todos los niveles.

- Productivo TRACE GC Ultra
- Innovador DSQ II GC/MS
- Incomparable Polaris Q GC/MS/MS
- Altas Prestaciones y Alta Resolución DFS GC/MS
- Expertos en Técnicas Separativas; Columnas, Consumibles y Aplicaciones

Explora nuestra gama de soluciones tecnológicas para Cromatografía en [www.thermo.com/gc](http://www.thermo.com/gc)

Thermo Fisher Scientific  
Sepúlveda, 7 A • 28108 Alcobendas  
Tel. 914 845 965 • Fax 914 843 598  
Acero, 30-32, Plta. 2 Mód 3 • 08038 Barcelona  
Tel. 932 230 918 • Fax 932 230 982  
[www.thermo.com](http://www.thermo.com) • [analyze.es@thermo.com](mailto:analyze.es@thermo.com)



# Spanish Scientists in international on-line Chromatography initiative.

Frank van Geel

<http://www.chromedia.org>

By an initiative from prof. Peter Schoenmakers (University of Amsterdam) and prof. Hans-Gerd Janssen (Unilever), chromatographers from all over the world are now building up an on-line information source and networking community. Spanish scientists Yolanda Picó, Coral Barbas and Lourdes Ramos are part of the expert team.

Schoenmakers and Janssen concluded that practitioners in the laboratory lack information to do their work properly. They observed a gap between school and the lab, in the sense that employees have a need for information in day to day practice and lab management is confronted with insufficiently trained personnel. The practicing chromatography community needs knowledge for training, review and to stay up to date on new applications and the internet does not work satisfactorily in the sense that either one finds too much, or the hits have questionable reliability. Schoenmakers and Janssen decided to solve this problem in a very modern way. They wanted a tool where teachers and trainers, students and lab-employees can have access to an independent and reliable information source: reviewed information written by independent experts, with visuals, simulations and tutorials to support teaching classes and learning on the job. Also they found that practitioners want contact with their colleagues and that they often lack the time to meet their peers.

So they lined up with an independent publisher and the Amsterdam University Press to start an on-line initiative called Chromedia. Chromedia has the ambition to fulfill the needs of the Practicing Chromatography Community by offering state-of-the-art trusted and independent information with functional but also attractive visuals and simulations. Chromedia focuses on 'How to': 'Practice, Not Science'. It wants to be a

Training & Teaching tool. Its mission is to improve performance in the lab by enhancing knowledge on separation techniques.

Chromedia is an interactive web concept: A continuously growing information source and expert network with chapters written and reviewed by the experts, for training and review. The concept is based on intuitive navigation with Topic Circles and Topic Owners. Every subject has an owner who is called a Topic Owner, responsible for the information in his content circle. They invite authors to make a contribution, which is reviewed by experts in order to maintain the quality and reliability. The Topic Owners will develop their own topic and each topic will develop further into new deeper and more detailed sub-topics, all of this managed by the Editorial Team. So the database and the community will increase continuously and organically. A newsletter keeps the members informed of the recent additions ([www.chromedianews.com](http://www.chromedianews.com)).

Chromedia has no advertisements. It is a subscription based service where universities and companies subscribe, so their students and employees will have access. Recently the University of Amsterdam and the free University decided to use Chromedia for their Master curriculum. Many Universities, e.g. the University of Ghent, Vienna, Waterloo (Canada) are now subscribing. Also industrial labs in all kinds of area's (DSM, AKZO, Sara Lee, etc), and hospital labs have joined. Chromedia cooperates with the Royal Dutch Chemical Society. Members of the SECyTA will obtain a 20 % discount for their company in the first 12 months. Go ahead, take a look yourself by subscribing on-line for a 3-day free access test period. For further details on how to get the discount please contact the publisher ([publisher@chromedia.org](mailto:publisher@chromedia.org)).

## CALENDARIO DE ACTIVIDADES

*En la página web de la SECyTA ([www.secyta.org](http://www.secyta.org)) se puede encontrar información actualizada sobre próximos congresos.*

**CONGRESOS PATROCINADOS POR LA SECyTA****VII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines y I Workshop de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas.**

17 - 19 Octubre. 2007. Granada, España.

## Contacto:

Presidenta del Comité Organizador  
Dra. Ana M. García Campaña  
Dpto. Química Analítica  
Facultad de Ciencias  
Avda. Fuentenueva s/n  
18071 Granada (España).  
Fax: +34 958 249510  
[secyta2007@ugr.es](mailto:secyta2007@ugr.es)  
[www.ugr.es/~secyta2007/](http://www.ugr.es/~secyta2007/)

**II Reunión nacional sobre dioxinas, furanos y compuestos orgánicos persistentes relacionados.**

15 - 16 Noviembre. 2007. A Coruña, España.

## Contacto:

Secretaría Técnica  
Orzán Congres S.L.  
Avda. Primo de Rivera 11. 2º izda.  
15006 A Coruña  
Tel: 981 900 700  
Fax: 981 152 747  
[dioxinas2007@orzancongres.com](mailto:dioxinas2007@orzancongres.com)  
[www.sai.udc.es/dioxinas2007](http://www.sai.udc.es/dioxinas2007)

**CONGRESOS NO PATROCINADOS POR LA SECyTA****ExTech 2007: 9<sup>th</sup> International Symposium on Advances in Extraction Technologies.**

3 - 6 Junio. 2007. Alesund, Noruega.

## Contacto:

Prof. Stig Pedersen-Bjergaard  
School of Pharmacy, University of Oslo  
PO Box 1068 Blindern,

0316 Oslo, Noruega  
T +47 228-56576  
F +47 228-54402  
[stig.pedersen-bjergaard@farmasi.uio.no](mailto:stig.pedersen-bjergaard@farmasi.uio.no)  
[www.extech07.hials.no/](http://www.extech07.hials.no/)

**20<sup>th</sup> International Symposium on Preparative/Process Chromatography. Ion Exchange, Adsorption/desorption Processes and Related Separation Techniques.**

3 - 6 Junio. 2007. Baltimore, EE.UU.

## Contacto:

Chairman  
Prof. Georges Guiochon  
Symposium Manager:  
Ms Janet Cunningham  
Barr Enterprises  
P.O. Box: 279  
Walkersville, MD, USA  
T +1 301-668-6001  
F +1 301-668-4312  
[janetbarr@adelphia.net](mailto:janetbarr@adelphia.net)  
<http://www.prepsymposium.org>

**DISEC'2007: Dalian International Symposia and Exhibition on Chromatography.**

4 - 7 Junio. 2007. Dalian, China.

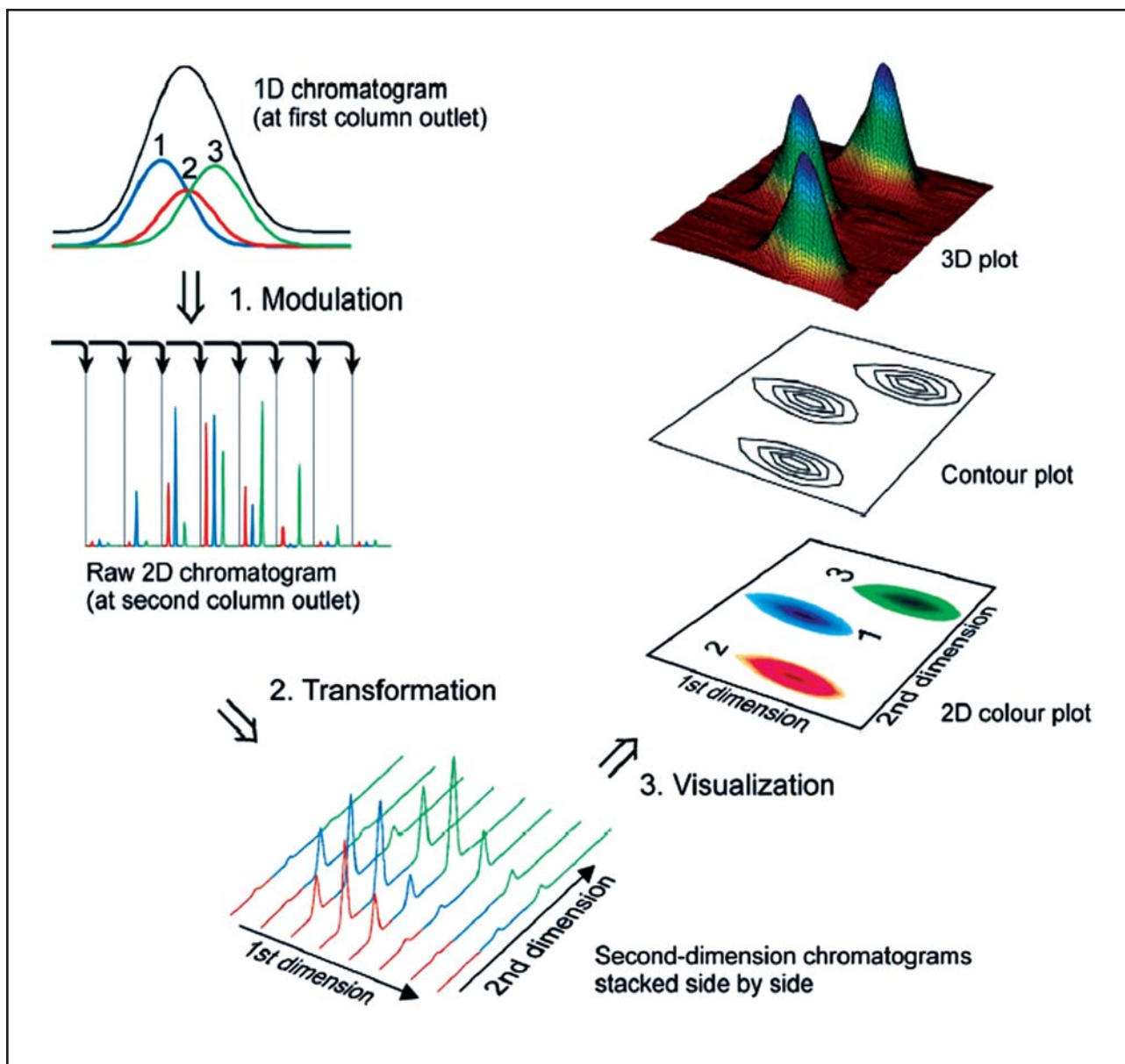
## Incluye:

- 30<sup>th</sup> International Symposium on Capillary Chromatography (30<sup>th</sup> ISCC, June 5-7, 2007)  
- 4<sup>th</sup> GC×GC Symposium (4th GC GC, June 4-5, 2007)  
- 16<sup>th</sup> National Symposium and Exhibition on Chromatography & 1<sup>st</sup> Dalian International Symposium and Exhibition on Chromatography (NISEC, June 4-6, 2007)

## Contacto:

Prof. Dr. Pat Sandra  
I.O.P.M.S.  
Kennedypark 26,  
B-8500 Kortrijk  
Bélgica  
T: +32 56 204960  
F: +32 56 204859  
[pat.sandra@richchrom.com](mailto:pat.sandra@richchrom.com)  
<http://www.iscc.dicp.ac.cn>

(Viene de la pág. 6)



**Figura 2.** Generación y visualización de un cromatograma en GC×GC. Esta figura fue publicada por Dallüge y col.<sup>[40]</sup>. Reproducida con permiso de Elsevier.



**HPLC 2007:31<sup>st</sup> International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques.**

17 - 21 Junio. 2007. Gante, Bélgica.

## Contacto:

Anne-Sophie Ollivier  
 Registration and Hotel Reservation  
 HPLC 2007 - IOPMS  
 Kennedypark 26,  
 B-8500 Kortrijk  
 Bélgica  
 T: +32 56 204031  
 F:+32 56 204859  
 anne-sophie.ollivier@richrom.com  
 www.hplc2007.org

**19<sup>th</sup> International Symposium on Chirality.**

8 - 11 Julio. 2007. San Diego, California, EE.UU.

## Contacto:

Chirality 2006 Secretariat  
 Tel: +82-51-703-3582  
 Fax: +82-51-703-3583  
 janetbarr@aol.com  
 www.chirality2007.org

**11<sup>th</sup> International Conference on Chemistry and the Environment.**

9 - 12 Septiembre. 2007. Torun, Polonia.

## Contacto:

Conference Office

Prof. Dr. hab. Boguslaw Buszewski and Dr. Katarzyna Krupcynska  
 Department of Environmental Chemistry and Ecoanalytics  
 Faculty of Chemistry, NCU  
 Torun, Polonia  
 T: +56 6114308  
 F:+56 6114837  
 analityk@chem.uni.torun.pl  
 www.chem.uni.torun.pl/konf.html

**EUROanalysisXIV.**

9 - 14 Septiembre. 2007. Amberes, Bélgica.

## Contacto:

Conference Secretariat  
 University of Antwerp  
 Department of Chemistry, MiTAC  
 EUROANALYSIS-XIV Conference Secretariat  
 Campus Drie Eiken, Universiteitsplein 1  
 BE-2610 Antwerp-Wilrijk,  
 Bélgica  
 T: +32 3 820 23 73  
 F:+32 3 820 23 73  
 luc.vantdack@ua.ac.be  
 www.euroanalysisXIV.ua.ac.be

**3<sup>rd</sup> International Symposium on Recent Advances in Food Analysis.**

7-9 Noviembre. 2007. Praga, República Checa.

www.iaec.ch/food\_symposium/food\_home.html

**NOTA DE LA REDACCIÓN**

Desde esta redacción queremos animar a todos nuestros lectores a contribuir con sus aportaciones a las diferentes secciones de las que consta la revista CTA (Cromatografía y Técnicas Afines), boletín de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECYTA). Para ello recordar que se pueden enviar desde artículos científicos hasta temas de interés general relacionados con cromatografía y técnicas afines (cursos, conferencias, congresos, ofertas de trabajo, informes sobre el trabajo de grupos españoles y extranjeros, reseñas de libros, información bibliográfica, etc.).

En relación a los artículos científicos, el CTA publica artículos relacionados con las técnicas de separación (cromatográficas, electroforéticas...), bien sobre investigación en las propias técnicas o de aplicación de las mismas. Los artículos pueden ser de los siguientes tipos: a) trabajos originales de investigación, b) revisiones, c) artículos de divulgación, d) series monográficas. Los autores de los artículos recibirán una pequeña compensación económica (300 euros) por cada artículo publicado en CTA.

Para publicar artículos en CTA no es imprescindible ser socio de la SECYTA. Los originales, en castellano o inglés, deberán enviarse por duplicado a cualquiera de los editores de CTA, junto con un CD con el archivo de texto, figuras y tablas; o bien se remitirán a través del correo electrónico.

Por supuesto os agradeceremos que nos hagáis llegar también cualquier idea/sugerencia sobre la revista que pueda contribuir a mejorar su calidad y que redunde en un mayor beneficio e interés para todos nuestros lectores.

Os agradecemos de antemano vuestra colaboración y quedamos a la espera de vuestras aportaciones.

Elena Ibáñez (elena@ifi.csic.es) y Lourdes Ramos (l.ramos@iqog.csic.es) [Editores de CTA]



## ARTÍCULOS DE INTERES

Los alimentos generalmente presentan perfiles aromáticos muy complejos y su caracterización requiere el uso de técnicas de alto poder de resolución. La cromatografía de gases completa en dos dimensiones (GC×GC) es una técnica analítica de separación idónea para mezclas complejas ya que permite, en un único análisis y mediante la utilización de dos columnas de distinta naturaleza, multiplicar la resolución cromatográfica con respecto a la GC convencional, minimizando el solapamiento de los picos. Asimismo, aumenta la capacidad de identificación de los compuestos al acoplarse a técnicas espectrométricas ya que proporciona espectros de gran pureza. La gran velocidad de separación necesaria para la segunda dimensión de GC×GC requiere el acoplamiento de un detector capaz de registrar adecuadamente estos datos. Este es el caso del analizador de tiempo de vuelo (TOF-MS). A pesar de ser uno de los más antiguos diseños en la espectrometría de masas, ha sido recientemente redescubierto debido a las mejoras en electrónica y tratamiento de datos, que permiten aprovechar sus cualidades más valiosas: rango de masas amplio y detección de todos los iones formados en la fuente, lo que se traduce en una gran sensibilidad.

La microextracción en fase sólida (SPME), es una técnica de aislamiento y preconcentración de volátiles basada en el reparto o adsorción entre la fase de muestreo y un delgado recubrimiento polimérico depositado sobre una fibra de sílice fundida. La sencillez de operación y asequibilidad, así como el reciente desarrollo de nuevos diseños para el muestreo automatizado que mejoran la reproducibilidad en el fraccionamiento, han potenciado el empleo de esta técnica para la extracción-preconcentración rápida de volátiles en alimentos.

Por estos motivos, recientemente han aparecido diferentes trabajos en los que se usa la combinación SPME-GC×GC-TOF-MS para el análisis de los volátiles de diversos alimentos. A continuación se comentan algunos de ellos.

**“Analysis of roasted coffee bean volatiles by using comprehensive two-dimensional gas chromatography–time-of-flight mass spectrometry”**

Danielle Ryan, Robert Shellie, Peter Tranchida, Alessandro Casilli, Luigi Mondello, Philip Marriott.  
*Journal of Chromatography A*, 1054 (2004) 57-65.

Este trabajo se plantea como una segunda etapa en la caracterización del aroma del café tostado iniciada en un trabajo anterior. En él, mediante una extracción SPME y análisis por GC×GC-FID se identificaron mediante patrones 44 compuestos seleccionados, pudiendo observarse diferencias cuantitativas entre las dos especies de grano de mayor importancia en el mercado (*arábica* y *robusta*).

El objetivo del presente trabajo se centró en la identificación y la cuantificación de estos compuestos mediante GC×GC-TOFMS y su comparación con los resultados obtenidos en el anterior estudio. Para ello, se estudiaron dos combinaciones de columnas: A) Una columna polar SolGel-WAX para la primera dimensión y una columna apolar BPX-5 para la segunda dimensión (utilizada en el trabajo anterior) y B) una columna apolar BPX-5 seguida de una polar BP-20 (la disposición más comúnmente utilizada). Al contrastar los resultados con los obtenidos en el anterior estudio se observó que la disposición estructu-

ral relativa de estos compuestos era comparable en los dos experimentos. Se concluye que mediante el uso de la técnica GC×GC-TOF-MS se mantienen los resultados cromatográficos del FID con las ventajas del detector de masas para una identificación de los compuestos sin necesidad de patrones.

A continuación, se procedió a la determinación de esos 44 compuestos de referencia. Debido a la gran cantidad de picos obtenidos por esta técnica, fue necesario restringir el número de picos a 1000 (usando la relación  $S/N > 100$ ). De esta forma, se llegó a un compromiso entre la obtención de una caracterización adecuada y una discriminación de las variedades de granos de café mientras que se trataba de limitar el extenso intervalo de tiempo requerido para procesar los datos adquiridos.

Por último, se realizó una comparación de los datos obtenidos por GC×GC-TOF-MS con los obtenidos mediante GC×GC-MS de cuadrupolo. Se concluye que ambas técnicas pueden ser válidas para un análisis en aplicaciones específicas en las que interesa un intervalo limitado de masas, aunque se obtiene una mayor información de la muestra mediante el detector TOF-MS debido a la capacidad de obtener los mismos intervalos de barrido en un tiempo más reducido. Esto le da una mayor versatilidad a la técnica a la hora de analizar mezclas complejas.

**“Solid phase microextraction–comprehensive two-dimensional gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry for the analysis of honey volatiles”**

*Tomáš Čajka, Jana Hajšlová, Jack Cochran, Kateřina Holadová, Eva Klimánková.*

*Journal of Separation Science 30 (2007) 534-546*

Este trabajo utiliza la SPME–GC×GC–TOF-MS para el análisis de la composición de la fracción volátil de la miel. Se hace énfasis en la selección de la fibra de SPME óptima así como de las columnas capilares usadas en la primera y segunda dimensión. De las siete fibras estudiadas, la que mostró una mejor capacidad de sorción y el intervalo más amplio para los volátiles del espacio de cabeza de una miel fue una fibra de divinilbenceno/carboxen/polidimetilsiloxano (DVB/CAR/PDMS) 50/30  $\mu\text{m}$ . En cuanto a las columnas probadas, la combinación que dio una mejor resolución para los componentes de la muestra fue una columna de 5% de fenil polisilfenilosiloxano (DB-5 MS) para la primera dimensión y una columna de polietilenglicol (SUPELCOWAX 10) para la segunda dimensión. Asimismo, se compararon los resultados con los obtenidos mediante el empleo de una sola dimensión (GC–TOF–MS), confirmando el mayor poder de separación y detectabilidad de los compuestos volátiles estudiados mediante las técnicas bidimensionales.

La combinación de una técnica simple y barata de concentración como es la SPME con el poder de separación e identificación que proporciona GC×GC-TOF-MS permitió un examen rápido y completo del perfil de los volátiles de la miel, pudiendo identificar 164 compuestos volátiles.

La repetitividad del procedimiento optimizado mediante SPME–GC×GC–TOF-MS fue evaluada mediante el muestreo de diez mieles, obteniéndose valores de RSD entre 3 y 12% para los componentes volátiles seleccionados como más representativos.

Este método se propone como adecuado para la caracterización del origen botánico o geográfico de las mieles así como para detectar posibles fraudes.

**“Comparison of comprehensive two-dimensional gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry and gas chromatography-mass spectrometry for the qualitative characterisation of roasted barley by solid-phase microextraction”**

*Federica Bianchi, Maria Careri, Chiara Conti, Marilena Musci, Renè Vreuls*

*Journal of Separation Science 30 (2007) 527-533.*

En este trabajo se propone el uso de la técnica acoplada SPME–GC×GC–TOF-MS para la caracterización de la fracción volátil de la cebada tostada como una alternativa a la GC–MS convencional.

La primera parte del trabajo se centra en la selección de la fibra, donde se probaron dos recubrimientos diferentes: DVB/CAR/PDMS 50/30  $\mu\text{m}$  y CAR-PDMS 75  $\mu\text{m}$ . La primera fue la seleccionada al extraer un mayor número de compuestos volátiles. Se establecieron como condiciones óptimas de extracción 50°C y 30 min, consiguiendo así una buena repetitividad (RSD inferior a 12%).

En una segunda parte del trabajo, se evaluaron diferentes combinaciones de columnas para obtener la mejor separación de los compuestos volátiles. La que dio resultados mejores fue la disposición DB-WAX (30m x 0,32 mm i.d. x 0,5  $\mu\text{m}$  *df*) x BPX-50 (75 cm x 0,1 mm i.d. x 0,1  $\mu\text{m}$  *df*). Usando esta combinación de columnas (polar x apolar) se pudieron identificar 64 compuestos de la cebada tostada frente a los 39 que se obtuvieron mediante la combinación apolar x polar. Esto concuerda con lo observado por Mondello et al. 2004 (artículo comentado anteriormente) y otros autores, según los cuales las muestras que contienen un gran número de compuestos polares se separan mejor usando una combinación inversa de columnas en lugar de una convencional.

Por último, se compararon los resultados obtenidos utilizando el análisis clásico mediante SPME–GC–MS con SPME–GC×GC–TOF-MS, quedando evidenciadas las ventajas de la GC×GC anteriormente descritas.

**Ana Isabel Ruiz Matute**

*Instituto de Química Orgánica General (CSIC)*

\*\*\*\*\*

**“Determination of polybrominated diphenyl ethers in soil by ultrasonic assisted extraction and gas chromatography mass spectrometry”**

*Consuelo Sánchez-Brunete, Esther Miguel, José L. Tadeo.*  
*Talanta 70 (2006) 1051–1056.*

Los autores de este artículo proponen el desarrollo de un método analítico para la determinación de polibromodifenil éteres (PBDEs, en concreto los congéneres 17, 47, 66, 100, 153, 183 y 209) en aceites españoles recogidos en campos agrícolas y áreas industriales, extraídos mediante columnas de reducidas dimensiones, con pequeños volúmenes de disolvente y basado en el uso de ultrasonidos. Como instrumentación se utilizó la cromatografía.



tografía de gases acoplada a un detector de espectrometría de masas con ionización por impacto electrónico operado en modo de registro de iones seleccionados (GC-MS-SIM).

Los intervalos de recuperación, para los analitos suplementados a nivel de 10, 1, 0,1 y 0,05 µg/Kg, se encontraron entre el 81 y 104%, con una desviación estándar relativa (RSD) menor del 9%. El límite de detección (LOD, calculado como tres veces el ruido de fondo) del método variaba entre 2 y 30 pg/g, siendo estos valores similares a los encontrados por otros autores, y el límite de cuantificación (LOQ, calculado como 10 veces el ruido de fondo) entre 7 y 100 pg/g para los diferentes PBDEs estudiados. El método desarrollado proporcionó una respuesta lineal en el intervalo de 0,01-10 µg/Kg, con un coeficiente de determinación igual o superior a 0,997. En los ensayos de repetibilidad se obtuvieron RSDs de entre 0,02 y 0,03% para los tiempos de retención y menores del 15% para el conjunto del método.

Para comprobar la efectividad del método, se llevó a cabo una aplicación a muestras reales (aceites), obteniéndose que para las muestras de campos agrícolas no se detectaron congéneres de PBDEs. Esto mismo ocurrió para los PBDEs 17 y 66 de los aceites de las áreas industriales, pero en cambio, para los PBDEs 47, 100, 153 y 183 de esta misma zona, se detectaron valores de entre 1,3 y 5,6 µg/Kg.

#### **“Automated solid-phase extraction for the determination of polybrominated diphenyl ethers and polychlorinated biphenyls in serum—Application on archived Norwegian samples from 1977 to 2003”**

*Cathrine Thomsen, Veronica Horpestad Liane, Georg Becher.*

*Journal of Chromatography B 846 (2007) 252–263.*

En este artículo se desarrolla un método analítico en el que se utilizó una extracción automática en fase sólida y se determinaron, entre otros compuestos, los PBDEs 28, 47, 99, 100, 153, 154 y 183 en sueros humanos de Noruega, utilizando un cromatógrafo de gases con detector de espectrometría de masas cuadrupolar en modo de ionización química negativa, para la detección de los analitos (GC-NICI-qMS).

Los intervalos de recuperación que se obtuvieron se encontraron entre el 64 y 89%, con una RDS máxima del 9%. En cuanto a los LODs estimados, se obtuvieron valores entre 0,2 y 1,8 pg/g de suero y un LOQ de 0,1 ng/g de grasa para los PBDEs estudiados. El método que desarro-

llan obtuvo un coeficiente de correlación mayor del 0,99 para todos los compuestos en el intervalo 0,62-1,17 pg/g de suero.

Este método se usó para investigar los niveles de PBDEs y PCBs en 21 mezclas de muestras de sueros de la población Noruega. En los sueros de hombre (de entre 40 y 50 años), la suma de los siete congéneres de PBDEs aumentaba desde 1977 (0,5 ng/g grasa) a 1998 (4,8 ng/g grasa). En cambio, entre los años 1999 y 2003, la concentración de PBDEs se estabilizó.

El PBDE, 209 junto con el tetrabromobisfenol A, fueron detectados en la mayoría de las muestras, pero no se detectó una tendencia temporal para estos compuestos, lo cual puede ser debido al corto tiempo de vida media de los retardantes de llama bromados (BFRs) en humanos.

#### **“Determination of polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) in fish samples from rivers and estuaries in Taiwan”**

*Jui-Hwa Peng, Chin-Wang Huang, Ying-Ming Weng, Hwa-Kwang Yak.*

*Chemosphere 66 (2007) 1990–1997.*

En este trabajo se presenta la determinación de los PBDEs 28, 47, 99, 100, 153, 154 y 183 en 60 muestras de pescados, tomadas en 6 ríos y 3 estuarios de Taiwán, mediante la técnica de cromatografía de gases acoplada a un detector de espectrometría de masas de alta resolución (GC-HRMS).

Los intervalos de recuperación que obtienen los autores fueron satisfactorios, encontrándose valores entre el 63 y 104%, y una RSD menor del 25%. Los LODs variaban entre 0,010 y 0,127 ng/g de grasa, y los LOQs entre 0,001 y 0,014 ng/g de grasa para los siete PBDEs estudiados. El método presentaba una respuesta lineal para concentraciones comprendidas entre 0,8 y 800 ng/g.

En cuanto a la aplicación del método a la determinación de los analitos en pescados, el PBDE 47 fue el congener predominante en todas las muestras y el PBDE 154 tuvo mayor importancia en cuanto a contribución que los PBDEs 99 y 100. Sin embargo, los PBDEs 154 y 183 fueron predominantes en algunas especies estudiadas.

Estos resultados son un tanto diferentes a los obtenidos en estudios de otros países donde el patrón típico es PBDE 47 > 99 > 100 > 154 > 153. Esto se debe al extenso uso en Taiwán de la mezcla comercial octa-BDE (en la mayoría de los países, el mayor uso corresponde a la penta-BDE).

La concentración promedio, expresada como la suma de los congéneres de PBDEs analizados, osciló entre 25,1 y 152 ng/g de grasa para las muestras de río, y entre 30,6 y 281 ng/g de grasa para las de estuario. Estos valores son superiores a los de otros países Europeos, pero inferiores a los habitualmente encontrados en Estados Unidos.

**“Challenges of gas chromatography–high resolution time-of-flight mass spectrometry for simultaneous analysis of polybrominated diphenyl ethers and other halogenated persistent organic pollutants in environmental samples”**

*Tomáš Čajka, Jana Hajšlová, Radek Kazda, Jan Poustka. Journal of Separation Science 28 (2005) 601–611.*

Los autores de este estudio evalúan el método de cromatografía de gases empleando la espectrometría de masas de alta resolución de tiempo de vuelo (GC–HRTOF-MS) para la determinación de los PBDEs 28, 47, 49, 66, 85, 99, 100, 153, 154 y 183 en matrices medioambientales, como músculo de pescado y sedimentos de ríos en Praga, y realizan una comparación de esta técnica de detección y otros sistemas de detección, como son la espectrometría de masas cuadrupolar y el detector de captura de electrones (qMS y ECD).

*El interés de estos artículos radica en la comparación de diferentes técnicas de espectrometría de masas (GC–MS-SIM, GC–NICI-qMS, GC–HRMS y GC–HRTOF-MS) para el análisis de un mismo tipo de contaminante, como son los compuestos bromados retardantes de llama.*

*A pesar de que mediante GC–MS-SIM y GC–HRMS en modo de impacto electrónico y junto con una buena preparación de muestras y una metodología adecuada se obtienen resultados satisfactorios, observando las características analíticas de todas las técnicas instrumentales propuestas, la espectrometría de masas cuadrupolar y la de tiempo de vuelo, son las que se pueden considerar como mejores técnicas a elegir para la determinación de PBDEs, especialmente esta última, cuando opera en modo de NICI. Esto se debe a que tiene dos ventajas importantes sobre el resto de las técnicas. En primer lugar se puede prescindir de una de las etapas fundamentales en el análisis de PBDEs como es la segunda purificación o etapa de fraccionamiento, además de que, de forma simultánea, se puede disponer de una completa información de los espectros mientras está trabajando el cromatógrafo de gases, sin que exista una pérdida de sensibilidad. Todo ello hace que la cromatografía de gases acoplada a un espectrómetro de masas de alta resolución de tiempo de vuelo pueda ser considerada como la mejor técnica para la determinación de PBDEs en muestras de diferente naturaleza.*

En primer lugar, utilizaron dos técnicas de ionización diferentes para la GC–HRTOF-MS, la ionización por impacto electrónico (EI) y la ionización química negativa (NICI), esta última con metano como gas reactivo. Una de las particularidades de este trabajo es que, para demostrar la eficacia de la instrumentación, eliminaron el segundo paso de purificación, común en todas las metodologías para el análisis de PBDEs.

Empleando la técnica de EI, sólo tres PBDEs se pudieron cuantificar (PBDE 28, 47 y 100). Sin embargo, usando la técnica de NICI, se pudieron cuantificar todos los analitos detectados, excepto el PBDE 47, para el que se obtuvieron resultados sobreestimados por el alto ruido de fondo. Los PBDEs 66 y 183 tampoco se pudieron cuantificar ya que se encontraron por debajo del límite de cuantificación.

Mientras que los niveles más bajos en la calibración del instrumento (LCLs) obtenidos en EI se encontraron entre 1 y 5 pg, para NICI estuvieron entre 0,010 y 0,250 pg (entre 20 y 100 veces menor que para EI). Los valores de RSD también varían de forma considerable según la forma de ionización empleada ya que para EI se obtuvieron intervalos de entre 4,9 y 8,2% y para NICI menores del 0,4%. En definitiva, se observó que la detección era más selectiva con NICI que con EI y que la primera proporcionaba una cuantificación exacta para muestras diluidas.

**Laura Herrero Collantes**

*Instituto de Química Orgánica General (CSIC)*



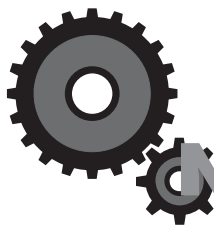
# EMPRESAS colaboradoras

## PROTECTORAS

- **AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.**  
Ctra. N-VI, km 18,200  
28230 LAS ROZAS (Madrid)
- **MILLIPORE IBÉRICA, S.A.**  
Avda. Llano Castellano, 13  
28034 MADRID
- **PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L.**  
Avda. Encuartes, 19  
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- **THERMO FISHER SCIENTIFIC**  
Sepúlveda, 7 - A  
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.**  
Ronda Can Fatjo, 7-A, 24  
Parc Tecnologic del Vallés  
08290 CERDANYOLA DEL VALLES (Barcelona)
- **KONIK-TECH, S.A.**  
Avda. Cerdanyola, 73  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)

## ASOCIADAS

- **AL AIR LIQUIDE ESPAÑA, S.A.**  
Paseo de la Castellana, 35  
28046 MADRID
- **BRUKER ESPAÑOLA, S.A.**  
Av. de Castilla, 2 (P. E. San Fernando)  
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- **GILSON INTERNATIONAL B.V.**  
Apartado de Correos, 1075  
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- **GOMENSORO, S.A.**  
Aguacate, 15  
28044 MADRID
- **INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.**  
Carretera de Cerdanyola, 73  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS  
(Barcelona)
- **IZASA, S.A.**  
Aragoneses, 13  
Polígono Industrial Alcobendas  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- **SCHARLAB, S.L.**  
La Jota, 86  
08016 BARCELONA
- **Servicio y Mantenimiento de Técnicas Analíticas, S.A.L. (SYMTA, S.A.L.)**  
San Máximo, 31  
28041 MADRID
- **S.I.A. Enginyers, S.A.**  
Monturiol, 16, baixos  
08018 BARCELONA
- **S. E. DE CARBUROS METÁLICOS, S.A.**  
Av. Matapiñonera, 9  
28700 S. SEBASTIÁN DE LOS REYES (Madrid)
- **SUGELABOR**  
Sicilia, 36  
28038 MADRID
- **TEKNOKROMA**  
Camí de Can Calders, 14  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS  
(Barcelona)
- **VARIAN-IBÉRICA, S.L.**  
Avda. Pedro Díez, 25, 3º  
28019 MADRID
- **VERTEX TECHNICS, S.L.**  
Comercio, 12-14 bajos  
08902 HOSPITALET DE LLOBREGAT  
(Barcelona)
- **VWR International - EUROLAB, S.L.**  
Polígono Merck  
08100 MOLLET DEL VALLÉS  
(Barcelona)



# NOVEDADES TÉCNICAS



**Agilent Technologies**

Innovating the HP Way

## AGILENT TECHNOLOGIES ADQUIERE LA LÍNEA DE PRODUCTOS DE QUIMIOLUMINISCENCIA DE GENERAL ELECTRIC, INCLUYENDO EL DETECTOR DE AZUFRE LÍDER DE LA INDUSTRIA

Agilent Technologies Inc. (NYSE: A) anunció hoy la adquisición de la línea de productos de quimioluminiscencia, incluyendo un detector de nitrógeno y el detector de azufre líder de la industria, de GE Analytical Instruments, una división de GE Water & Process Technologies. Agilent ofrecerá los productos adquiridos como complementos para sus cromatógrafos de gases (GC).

La adquisición incluye los activos de propiedad intelectual, ventas, marketing y fabricación. No se han hecho públicos los detalles financieros.

El detector de quimioluminiscencia de azufre (SCD) Sievers 355 y el detector de quimioluminiscencia de nitrógeno (NCD) Sievers 255, se integrarán en la unidad de Soluciones de Análisis Químico de Agilent, dentro de su división de Biociencia y Análisis Químico.

La línea de productos recién adquirida está dirigida a las industrias energética y petroquímica.

La detección de azufre es uno de los subsegmentos del mercado petroquímico de más rápido crecimiento, debido en buena medida a las cada vez mayores normativas relativas a la monitorización de azufre en los combustibles a nivel mundial. Su crecimiento en Asia está dejando atrás al resto del mercado mundial.

Los detectores SCD y NCD vienen a ampliar la oferta de productos de determinación de azufre y nitrógeno que actualmente comercializa Agilent, como el detector foto-métrico de llama (FPD) y el detector de nitrógeno-fósforo (NPD).

“El SCD Sievers 355 es ampliamente reconocido como líder del mercado para la detección de azufre”, explicó Shanya Kane, vicepresidente y director general para GC y sistemas de automatización del flujo de trabajo

de Agilent. “Con esta adquisición, Agilent se complace en poder ofrecer a sus clientes esta importante solución complementaria para azufre”.

## AGILENT TECHNOLOGIES PRESENTA UN NUEVO CROMATÓGRAFO DE GASES COMO ESTANDARTE, ELEVANDO LOS ESTÁNDARES DE PRODUCTIVIDAD, RENDIMIENTO Y FLEXIBILIDAD

La extraordinaria fiabilidad de la tecnología de flujo capilar manipula el flujo en el interior del horno del GC, permitiendo nuevas aplicaciones

El rendimiento es importante para todos los usuarios de GC y el Agilent 7890A ofrece la posibilidad de realizar muchos más análisis por día. Hemos contemplado la plataforma entera de forma que pudiéramos reducir los tiempos de ciclo y ello nos ha ayudado, además, a resolver algunos de los retos surgidos en las aplicaciones más complicadas. Nuestra principal intención es hacer que los beneficios de esta tecnología sean accesibles a la mayor parte de los cromatografistas.

Los ingenieros de Agilent han conseguido el difícil objetivo de conectar, intercambiar, dividir y desviar los flujos capilares de gas dentro del horno GC, al mismo tiempo que mantienen el hardware libre de fugas y a pesar del ciclo de temperatura.

Los componentes del tamaño de una tarjeta de crédito permiten hacer un estrecho seguimiento de la temperatura del horno obteniendo un excelente rendimiento analítico, además de que el diseño incluye bajo volumen muerto. Los conectores son igual de robustos gracias a un nuevo diseño de ferrula que también minimiza las colas. Los canales y los conectores incluyen pasos de flujo de elevada inercia.

La tecnología de flujo capilar de Agilent permite un conjunto de configuraciones que hasta ahora no eran fiables o no estaban disponibles:

- **Backflush.** Elimina de forma drástica el calentamiento de limpieza post-análisis reduciendo el tiempo entre inyecciones, al mismo tiempo que elimina el efecto memoria de muestra. El backflush también extiende la duración de la columna y reduce el mantenimiento del detector.
- **Split.** Análisis hasta en tres detectores simultáneamente, incluyendo MSD, para obtener máxima información.



- **Heart cutting.** Desvía un pico de interés a una segunda columna, lo que es útil para la detección a nivel de trazas en matrices complejas.
- **GCxGC completo.** Desvía todos los picos a una segunda columna GC, sin utilizar la cara técnica criogénica.
- **QuickSwa.** Cambio de la columna GC en un GC/MS sin ventilar el detector MS, ahorrando horas por procedimiento.

El GC Agilent 7890A ofrece un control óptimo de los parámetros GC en combinación con el más amplio rango de dimensiones de columna y aplicaciones. Además, la completa selección de módulos de tecnología de flujo capilar como el backflush, split del influyente y eluyente, así como el Deans switching, ofrecen fantásticas posibilidades para los usuarios más exigentes. Con todas estas nuevas mejoras, cualquier cromatografista debería ser capaz de encontrar la forma de mejorar la productividad de su laboratorio utilizando el 7890A.

### Productividad

El Agilent 7890A ahorra tiempo antes y después del análisis cromatográfico, lo que significa que los usuarios no necesitan cambiar su método actual para el mismo. Esto les permite evitar los largos procesos de desarrollo y revalidación de métodos. Agilent también ha presentado un ventilador de velocidad variable para un enfriamiento más rápido del horno. En los instrumentos equipados con el inyector automático de líquidos 7683, la preparación de la inyección de la muestra se solapa con la rampa de enfriamiento, aumentando aún más el rendimiento. Cuando se combina con la nueva y robusta función de backflush, el tiempo entre inyecciones puede reducirse significativamente.

El Agilent 7890A incluye control electrónico de la neumática (EPC) de quinta generación y electrónica digital que establece una nueva marca para la regulación de presión en 0.001 psi. Esto proporciona mayor precisión en la congelación del tiempo de retención y contribuye a la superior fiabilidad de la plataforma.



### KONIK HPLC+HRGC: LA NUEVA DIMENSIÓN EN ANÁLISIS MOLECULAR

Preparación de muestra automatizada, cromatografía y espectrometría de masas en un único sistema. Único en el mundo.



### El sistema KONIK HPLC+HRGC K2 abre las puertas al innovador mundo de la cromatografía multidimensional HPLC+HRGC

La innovadora interfase TOTAD patentada por KONIK-TECH (Pat N°: US 6,402,947 B1) une en sinergia el potencial de separación y fraccionamiento del HPLC con la separación, la detección selectiva y las posibilidades de cuantificación del HRGC, ofreciendo nuevas expectativas en análisis multidimensional.

Debido a sus características y prestaciones únicas, el sistema KONIK HPLC+HRGC K2 ofrece a la Química Analítica una herramienta poderosa de altas prestaciones para el desarrollo de metodologías innovadoras, trabajando con las matrices más complejas y alcanzando (con facilidad) límites de detección inferiores a los requeridos en métodos oficiales.



## Preparación de muestra simplificada

La etapa de HPLC previa a la introducción en la columna de HRGC contribuye a simplificar la preparación de muestra y su acondicionamiento. La columna de HPLC y los disolventes usados pueden contribuir total o parcialmente a limpiar la muestra dependiendo de la complejidad de la matriz. La trampa adsorbente de la interfase hace el resto, selectiva o universalmente, atrapando los compuestos de interés. Los cuales son, una vez eliminado totalmente el disolvente, desorbidos y transferidos al sistema HRGC donde tiene lugar la separación de los compuestos de interés y posteriormente, su detección ya sea con un detector convencional (KONIK HPLC+HRGC K2) o con un espectrómetro de masas (KONIK HPLC+HRGC K2-Q12): El KONIK HPLC+HRGC K2 puede acoplarse directamente al KONIK MS Q12 añadiendo el poder de la Espectrometría de Masa a la identificación de compuestos, la confirmación de estructuras o la mejora de la cuantificación y reducción de los límites de detección vía detección simple ó múltiple de iones.

## Garantía de la integridad de la muestra, mejora de la recuperación y la cuantificación

El uso de las columnas de HPLC para fraccionar selectivamente, a partir de cualquier matriz, los compuestos de interés, puede resultar en la eliminación de etapas de preparación de muestra tediosas y costosas tales como métodos de extracción líquido-líquido ó extracción en fase sólida (SPE). Las muestras líquidas pueden introducirse directamente en el HPLC sin ningún paso previo de preparación de muestra. Esto garantiza una completa protección de la integridad de la muestra, sin pérdidas en el proceso de preparación, mientras mejora la cuantificación de los analitos.

## El principio: Una tecnología innovadora

El problema básico para superar el acoplamiento de LC/HPLC a HRGC es la eliminación selectiva del disolvente del HPLC respecto a los analitos de interés, evitando que pueda llegar a la columna del HRGC. La interfase TOTAD logra ambos objetivos simultáneamente mientras mantiene inalterado el flujo de la columna de HRGC. El diagrama de flujo muestra el principio de operación de la interfase. Este sistema patentado permite la captura de los analitos en la interfase K2 mediante una trampa adsorbente a la temperatura deseada, mientras un flujo continuo de Helio controlado digitalmente, mantiene el flujo de la columna y elimina el disolvente de la trampa. Todas las funciones de tiempo, así como los parámetros de flujo y temperatura, vienen controladas automáticamente por el software de control KONIKROM® Plus.

Para más información consulte nuestra web:  
www.konik-group.com.

# Thermo

## THERMO FISHER SCIENTIFIC OFRECE UNA SOLUCIÓN LC-MS/MS ÚNICA CON LA ADQUISICIÓN DE COHESIVE TECHNOLOGIES

Thermo Fisher Scientific, líder mundial al servicio de la ciencia, ha adquirido Cohesive Technologies Inc, fabricante de los productos avanzados de cromatografía líquida y extracción de muestras. La tecnología TurboFlow™ enriquece el portafolio de cromatografía líquida (LC) y espectrometría de masas (MS) minimizando las necesidades de preparación de muestra en LC, especialmente para aplicaciones en descubrimiento y desarrollo de fármacos e investigación clínica. Esta solución única ofrece a científicos e investigadores reducir los efectos de matriz en bioanálisis pre-clínico, haciendo más fácil la conformidad con los criterios de validación de métodos de la FDA/CDER que establece que “Para métodos LC-MS-MS se deberá asegurar la ausencia de efectos de la matriz en su aplicación, especialmente si su naturaleza cambia con respecto a la utilizada para validarlo.”

La tecnología TurboFlow funciona reteniendo las moléculas pequeñas, filtrando las proteínas y moléculas más grandes por difusión, exclusión por tamaño y la fase estacionaria de la columna. Esto permite inyectar directamente muestras biológicas en el sistema LC-MS/MS, una ventaja significativa en bioanálisis pre-clínico, donde la preparación de la muestra es laboriosa debido a las altas cargas de la muestra. La tecnología TurboFlow™ se puede acoplar al espectrómetro de masas de triple cuadrupolo Thermo Scientific TSQ Quantum™ combinado con FAIMS (Espectrometría de Masas de Movilidad de Iones Asimétrica de Campo Intenso) para formar una solución única en LC-MS/MS. Junto al TSQ Quantum, el sistema ofrece resultados cuantitativos rápidos y eficientes con la más baja supresión iónica y ruido químico, dando como resultado métodos bioanalíticos más robustos, muy sensibles y con mínimos errores analíticos.

Más información sobre la tecnología TurboFlow™ en [www.thermo.com/cohesive](http://www.thermo.com/cohesive) y sobre la gama LC y MS Thermo Scientific en [www.thermo.com/ms](http://www.thermo.com/ms)

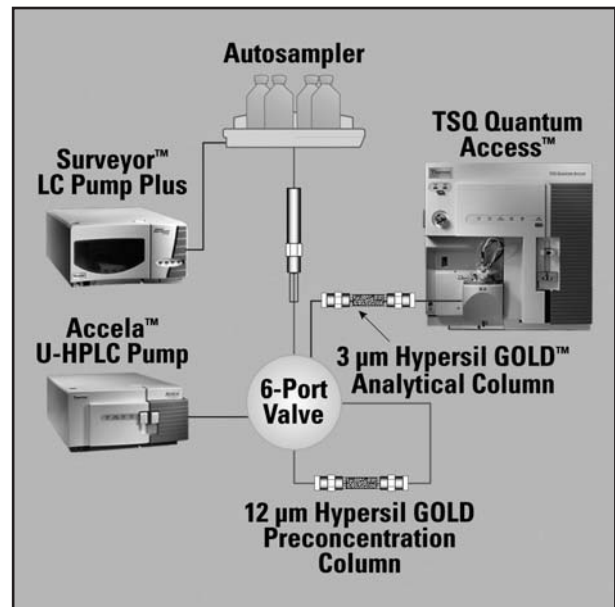
También llamando al  
+34 914 845 965 o al +34 932 230 918  
o enviando un e-mail a [analyze.es@thermofisher.com](mailto:analyze.es@thermofisher.com).  
Thermo Scientific es parte de Thermo Fisher Scientific.

## THERMO FISHER SCIENTIFIC OFRECE UNA SOLUCIÓN COMPLETA LC-MS/MS PARA ANÁLISIS AMBIENTAL Y DE AGUAS POTABLES

Thermo Fisher Scientific, líder mundial al servicio de la ciencia, presenta una solución LC-MS/MS que reduce significativamente el tiempo y el coste de análisis de muestras de agua en aplicaciones ambientales y de aguas potables. El sistema de análisis ambiental EQuan™ de Thermo Scientific en combinación con el espectrómetro de masas de triple cuadrupolo de Thermo Scientific TSQ Quantum™ forma una solución llave en mano para el análisis de pesticidas, herbicidas, antimicrobianos y otros compuestos en muestras ambientales y de aguas potables. La técnica de concentración en línea del EQuan reduce significativamente el tiempo de análisis de días a minutos sin compromisos en sensibilidad y especificidad.

El EQuan elimina la preparación de muestra que se inyecta directamente en el sistema, concentra y analiza por LC-MS/MS reduciéndose el tiempo y coste de análisis. Además, la preparación de muestra en línea reduce el error humano y posibles pérdidas de muestra. Los límites de detección son hasta 100 veces mejores que los de otras técnicas de inyección convencional y se pueden alcanzar fácilmente niveles de 10ppt (partes por trillón).

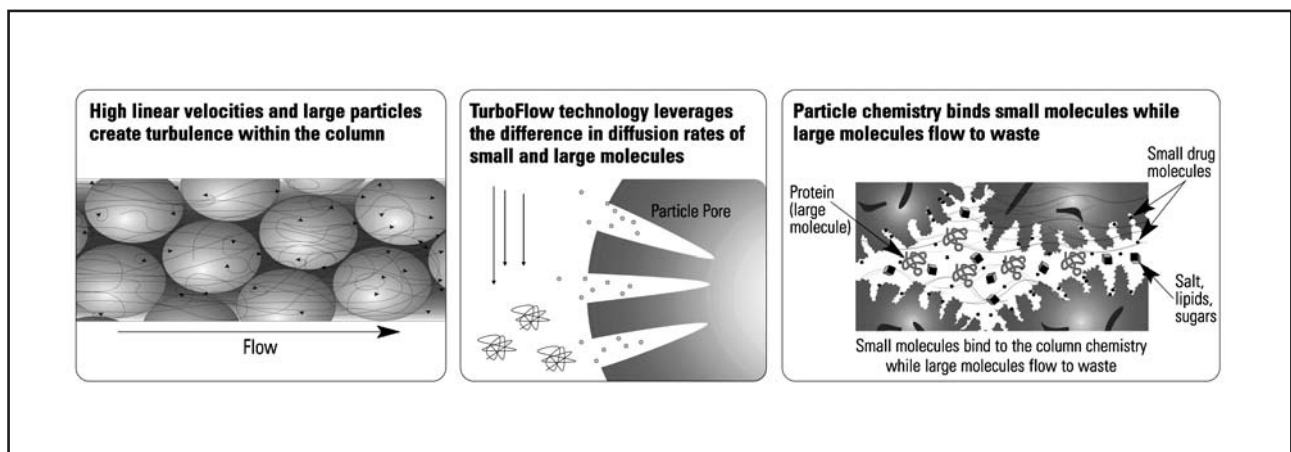
Thermo Fisher Scientific ofrece un seminario web grabado sobre la aplicación del EQuan en análisis ambiental y de aguas potables en el que durante 25 minutos el doctor Jonathan Beck presenta el sistema y ofrece datos de clientes entre los que se incluye el Laboratorio de Análisis de Aguas de Toulouse, Francia. El seminario web está disponible en <http://breeze.thermo.com/e94272249/event/registration.html?campaign-id=pr>.



La solución EQuan se compone de un espectrómetro de masas de la serie TSQ Quantum, dos bombas de HPLC con una columna de pre-concentración, una columna analítica, un muestreador CTC y un kit EQuan con columnas y accesorios de HPLC. La solución puede incluir, en función de la aplicación, cualquiera de los instrumentos de la serie TSQ Quantum que incluye el TSQ Quantum Access™, el TSQ Quantum Discovery MAX™ o el TSQ Quantum Ultra™.

Más información sobre la solución EQuan para análisis ambiental y de aguas potables en [www.thermo.com/equan](http://www.thermo.com/equan)

También llamando al +34 914 845 965 o al +34 932 230 918 o enviando un e-mail a [analyze.es@thermofisher.com](mailto:analyze.es@thermofisher.com).





## PROCESSLAB

El "ProcessLab" de nuestra representada Suiza METROHM es un nuevo analizador de procesos "AT LINE", basado en la moderna tecnología de los valoradores de laboratorio de la gama Titrando.

El ProcessLab Metrohm es un sistema de análisis modular muy robusto el cual se diseña para los procedimientos analíticos de rutina en la industria.

Consiste de una unidad de control y uno o más módulos de análisis. Los módulos de análisis se equipan con los diversos componentes (buretas, bombas peristálticas,...) que permiten realizar todos los pasos analíticos en un proceso completamente automático.

El ProcessLab utiliza hardware y software de la mejor calidad, incluyendo el valorador Titrando y el software tiamo™.

Las ventajas para el proceso en la industria son el uso de un PC industrial y un controlador I/O de entrada-salida para enviar la información a los sistemas de control del proceso: también el ProcessLab se puede utilizar en diversos puntos del proceso de fabricación.

Todos los análisis se pueden realizar en el analizador ProcessLab sin la intervención del operador y los resultados se envían al sistema de control del proceso para tomar una acción correctora, o controlar la calidad del producto mediante "pasa/no pasa" automáticamente.



## SISTEMA AVANZADO DE DIGESTION POR MICROONDAS ETHOS 1

Gomensoro presenta el nuevo sistema de digestión por microondas ETHOS 1 de su representada MILESTONE.

El ETHOS 1 incorpora toda la filosofía de microondas de Milestone. Diseñado específicamente para la digestión en vaso cerrado, el ETHOS 1 puede procesar cualquier tipo de muestra con un completo control de todos los parámetros de reacción e incluye un "Sistema de aseguramiento de la calidad de digestión".

El innovador concepto de Preparación Total de Muestras por Microondas de MILESTONE encuentra en el ETHOS 1 su expresión más alta.

Utilizando los accesorios adecuados el equipo se transforma en un instrumento de primer nivel para trabajar en vaso abierto, secado de muestras, evaporación de soluciones, e incluso extracción de solventes e hidrólisis de proteínas.



Gomensoro SA  
C/ Aguacate, 15  
28044 Madrid  
Tel.: 91 508 65 86  
Fax: 91 508 65 11  
E-mail: [ventas@gomensoro.net](mailto:ventas@gomensoro.net)  
Pagina web : [www.gomensoro.es](http://www.gomensoro.es)



# VERTEX

Technics S.L.

## DIONEX: NUEVAS APLICACIONES Y COLUMNAS PARA SOLUCIONES CROMATOGRÁFICAS.

Vertex Technics S.L. presenta nuevas columnas desarrolladas por Dionex, orientadas a esas aplicaciones cada vez más frecuentes en Cromatografía.

Entre las nuevas aplicaciones que Dionex ha desarrollado, en VERTEX destacamos las que cuentan con un mayor número de consultas en nuestro Laboratorio de Aplicaciones.

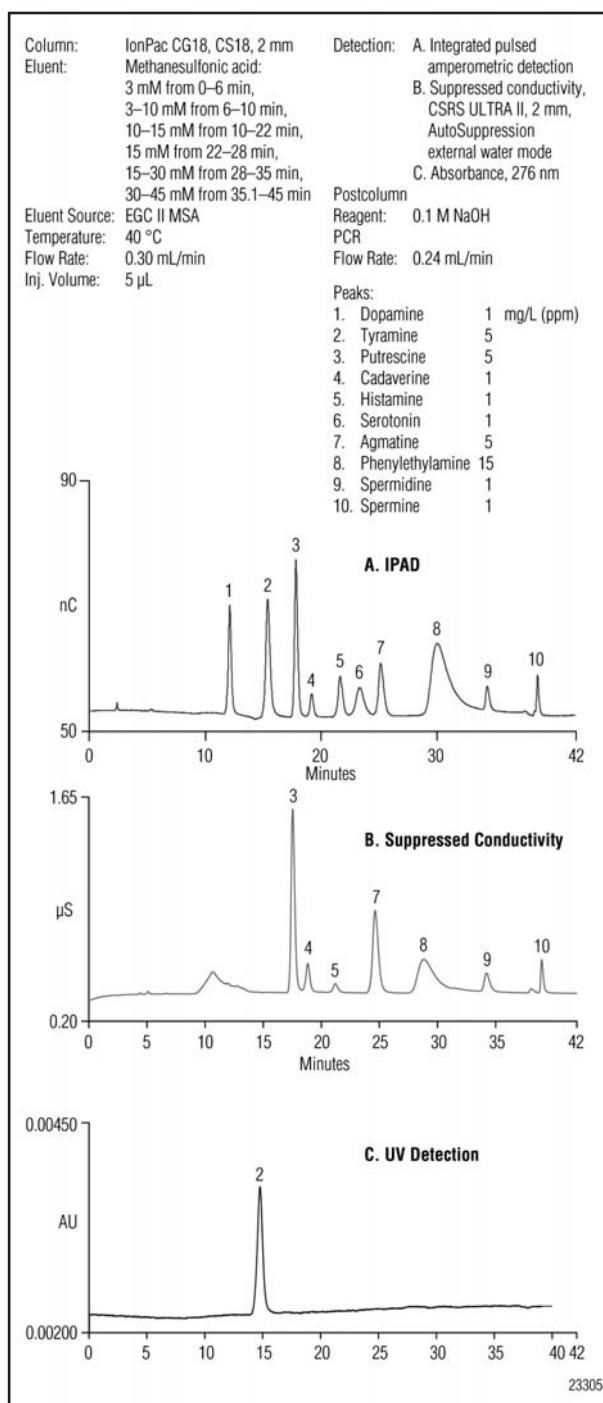
### 1. Determinación de AMINAS BIOGÉNICAS en bebidas alcohólicas con Cromatografía Iónica con Detección por Conductividad con Supresión Química y Amperometría Integrada de Pulsos (Dionex Application Note 182)

En alimentos y bebidas, las aminas biogénicas se forman por descarboxilación de aminoácidos por actividad microbiana. El análisis de estas sustancias en alimentos es importante por su toxicidad y porque se usa como indicativo del deterioro del alimento.

La concentración y contenido de aminas biogénicas en vinos depende del tiempo y condiciones de almacenamiento, calidad de la materia prima y la posible contaminación microbiana en el proceso de fabricación. En cervezas la presencia de tiramina, cadaverina e histamina están asociadas a la contaminación de bacterias de ácido láctico en el proceso cervecero.

La determinación de este tipo de aminas es un reto analítico debido a que habitualmente son hidrofóbicas, poco cromóforas y a menudo están en bajas concentraciones en muestras complejas. La solución utilizada por HPLC implica el uso de derivatización pre- o post-columna, lo que añade complejidad al análisis y en algunos casos produce interferencias de subproductos.

Dionex ha desarrollado una nueva columna, IonPac CS18, diseñada específicamente para aminas polares de pequeño tamaño. La detección por conductividad asociada a la detección por amperometría de pulsos integrada permite el análisis de la mayoría de las aminas biogénicas de interés por inyección directa de la muestra.

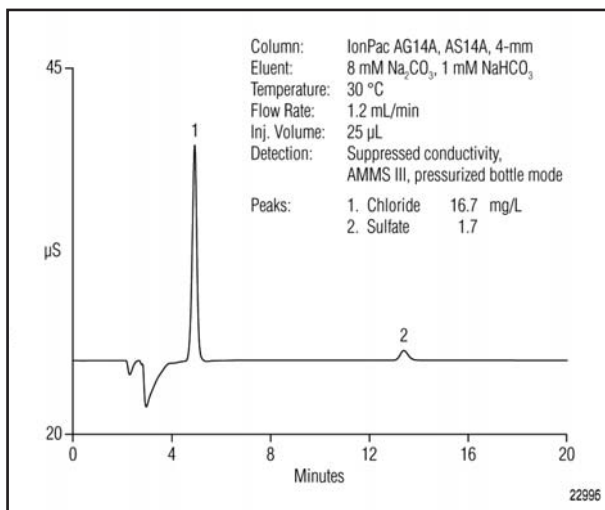


### 2. Determinación de SULFATO Y CLORURO en etanol (Dionex Application Note 175)

La utilización de etanol como mezcla en gasolinas puede contaminar con cloruro y sulfato de manera que se formen depósitos y puedan causar corrosión en los moto-

res de los coches. La entidad internacional ASTM ha propuesto un nuevo método por Cromatografía Iónica para controlar las especificaciones del etanol en su uso en la industria del automóvil.

Dionex propone la aplicación más simple y el método más directo para el análisis de cloruro y sulfato en etanol. El método permite la determinación en 15 min, con inyección directa de la muestra y con la suficiente sensibilidad para cumplir con las especificaciones D4806 de ASTM.



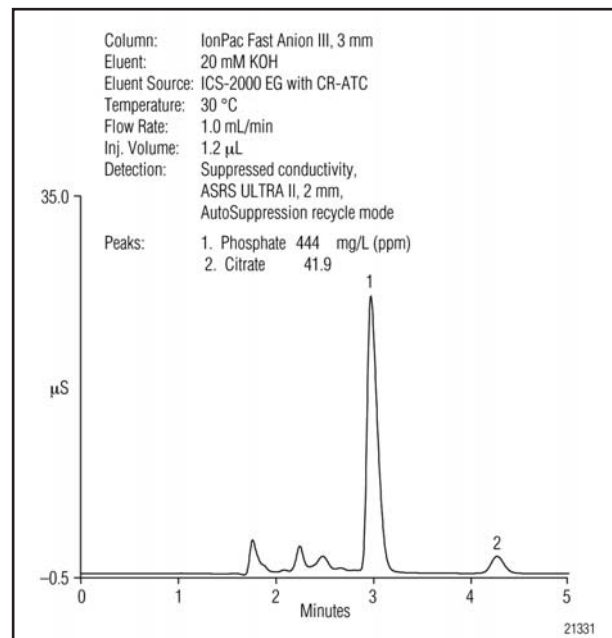
### 3. Determinación de CITRATO Y FOSFATO en refrescos carbonatados utilizando generación automática de eluyentes (Dionex Application Note 169)

Los refrescos son matrices complejas que contienen sustancias colorantes, aromas, acidificantes, edulcorantes, conservantes y cafeína. Los acidulantes más utilizados en refrescos son el ácido fosfórico, habitualmente en colas, y el ácido cítrico, más común en bebidas con sabor a frutas. Sin embargo, pueden utilizarse solos o mezclados para producir sabores más distintivos.

La determinación de fosfórico y cítrico en la industria de bebidas es muy importante para mantener la calidad del producto final. La elevada producción requiere un método de análisis rápido, preciso y robusto para confirmar la cantidad de ácido que ha sido añadido en la formulación del refresco. Tradicionalmente se han utilizado métodos que necesitan de un trabajo intenso por parte de los operarios, ensayos colorimétricos que implican largo tiempo de análisis y generalmente pobres en precisión y exactitud.

Dionex puede ofrecer una mejor solución mediante cromatografía iónica, análisis de fosfato y citrato en menos de 5 minutos, sin la necesidad de preparar reactivos ni diluciones de muestra. Combinando la tecnología de la Generación Automática de Eluyentes, una columna especialmente diseñada Fast Anion III, y la detección por conductividad con supresión química, se pueden analizar estos compuestos con rapidez, precisión, robustez y exactitud.

La robustez de la columna permite la inyección de más de 5.000 muestras.



VERTEX Technics, S.L.

Of. Barcelona 93 223 33 33  
 Of. Madrid 91 324 00 14  
 Of. Bilbao 94 447 19 99  
 Of. Valencia 96 135 21 91  
 Of. Vigo 98 670 00 72

**Si desea hacerse socio de la SECyTA rellene y envíe el siguiente boletín de inscripción, acompañado de la correspondiente autorización bancaria a:**

Dra. Mercedes Torre  
Departamento de Química Analítica e Ingeniería Química  
Facultad de Química. Universidad de Alcalá  
28871-Alcalá de Henares, Madrid  
E-mail: mercedes.torre@uah.es

Cuota año 2007: 30 €

- Señale la casilla  correspondiente a la dirección en la que desea recibir la correspondencia.
- Puede efectuar el pago de la cuota del primer año mediante cheque bancario (adjuntándolo a esta solicitud) o mediante ingreso/transferencia a la Cuenta Corriente de "la Caixa" 2100/3739/11/2200059715 (Sociedad Española de Cromatografía y Afines). Debe figurar en el ingreso o transferencia: "ALTA SECYTA + nombre y primer apellido del Socio"
- ¿Autoriza a incluir su correo electrónico en la página Web de la SECyTA?    SI    NO  
(Tache lo que NO proceda)

**SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES**

**HOJA DE INSCRIPCION**

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

DNI .....

Domicilio particular:

Calle ..... Núm. ....

Municipio ..... Provincia.....

Código postal .....

Teléfono ..... Correo electrónico .....

Industria u organización .....

Calle ..... Núm. ....

Municipio ..... Provincia.....

Código postal .....

Teléfono ..... FAX ..... Correo electrónico .....

**DATOS BANCARIOS**

Banco/Caja de Ahorros .....

Sucursal .....

Dirección ..... Ciudad.....

D. ....

Con domicilio en .....

Y con cta. cte. / libreta de ahorro núm. / \_ \_ \_ / \_ \_ \_ / \_ \_ / \_ \_ \_ \_ \_ \_ \_ \_ /

Entidad    Oficina    D.C.    Número de cuenta

en esta Sucursal, ruego 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 Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

Atentamente le saluda,

En..... a..... de..... de 2007

Firma:





La gama más completa de gases, materiales y servicios específicos para análisis e investigación.

Pensando en las necesidades específicas de los laboratorios, Air Liquide ofrece con la Gama Alphagaz, una oferta totalmente adaptada a los requerimientos de pureza de la cadena analítica.

Los gases puros y mezclas, los materiales e instalaciones, así como los servicios de la Gama Alphagaz, son la mejor solución para instrumentación analítica e investigación, a partir de la gestión, el mantenimiento y el control de todos los sistemas por parte de Air Liquide.

*Air Liquide contribuye a la fabricación de múltiples productos de nuestro día a día y a la preservación de la vida, dentro de una gestión de desarrollo sostenible, gracias a soluciones innovadoras basadas en las últimas tecnologías.*



# Gases de pureza garantizada en su laboratorio

# Waters

Ayer. 

 Hoy.

## Acquity

Ultra Performance LC

Presentamos el nuevo sistema Waters® ACQUITY Ultra Performance Liquid Chromatography™ (UPLC™). Ultra rapidez, ultra sensibilidad y ultra resolución que rebasan los límites de la HPLC de hoy para entrar en un nuevo dominio de ultra productividad y ultra prestaciones. Basada en los mismos principios fundamentales que la HPLC la UPLC™ permite expandir las aplicaciones de la cromatografía líquida a extremos no imaginados hasta ahora. Ya es posible ver más claro. ACQUITY UPLC™ de Waters: más confianza en los resultados.

Visite [www.ultraperformance.com](http://www.ultraperformance.com)



### For Complete Confidence

Waters Cromatografía, S.A.

Ronda de Can Fatjó 7A • Parc Tecnològic del Vallès • 08290 Cerdanyola del Vallès

Tel. 936 00 93 00 • Fax 936 00 93 60

Avenida de Europa, 21 • Parque Empresarial La Moraleja • 28810 Alcobendas

Tel. 912 03 91 00 • Fax 916 61 08 55

[www.waters.com](http://www.waters.com) • eMail [spain@waters.com](mailto:spain@waters.com)