

SECYTA

CROMATOGRAFÍA







#### **CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES**

Madrid, Diciembre de 2010 Vol. 31, núm. 2 ISSN 1132-1369

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

#### ÍNDICE

46	EDITORIAL
47	<b>ARTÍCULO</b> Inyección de grandes volúmenes en cromatografía de gases (LVI-GC) y acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases (LC-GC). <i>J.M. Cortés y R. M. Toledano</i> .
57 58 60 64 65 68	NOTICIAS DE LA SECYTA  XXVIII International Symposium on Chromatography (ISC 2010)  Premios ISC 2010  Asamblea General de la SECYTA  Nuevos socios  Obituarios  Premios a socios
71	CURIOSIDADES ANALÍTICAS Un problema en los espectros de masas de carbohidratos sililados
72 76	INFORMACIONES Congresos celebrados Calendario de Actividades
77	INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA Artículos de interés
80	DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS Novedades técnicas
Redacción:	Lourdes Ramos (l.ramos@iqog.csic.es)  María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)  Instituto de Química Orgánica General (CSIC).  Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91 562 29 00  Fco. Javier Moreno (j.moreno@ifi.csic.es)  José Ángel Gómez Ruiz (jagomez-ruiz@ifi.csic.es)  Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL, CSIC-UAM).  Nicoló Cabrara O Compus de la Universidad Autónomo de Madrid. 28040 Madrid.
Publicidad:	Nicolás Cabrera 9, Campus de la Universidad Autónoma de Madrid, 28049 Madrid.  Mario Fernández (mario@iqog.csic.es)  Instituto de Química Orgánica General (CSIC).  Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91 562 29 00

 $\textbf{Diseño, preimpresión e impresión:} \ Helios, S.L. \bullet Duque \ de \ Sevilla \ 16 \bullet 28002 \ Madrid \bullet Tel. \ 91 \ 768 \ 49 \ 50$ 

Diseño de portada: Pau de Riba

Depósito legal: M-1902-1975

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.



# **EDITORIAL**

#### LA FIESTA DE LA CROMATOGRAFÍA

Queridos amigos y amigas,

Tenemos que celebrar el éxito alcanzado en el 28<sup>th</sup> International Symposium on Chromatography que organizó la SECyTA en Valencia (12-16 Septiembre 2010). Se presentaron unas 500 comunicaciones científicas, 122 de ellas en forma oral dentro de cuatro sesiones paralelas. Las revistas *Journal of Chromatography* y *Analytical and Bioanalytical Chemistry* han decidido crear volúmenes especiales para publicar los trabajos presentados en la reunión, según sea la decisión de los autores de enviarlos a una u otra. Obviamente dichos trabajos pasarán por el sistema de revisión habitual de cada una de ellas. También tuvimos 9 conferencias plenarias invitadas.

La reunión contó con 570 asistentes inscritos. Además se hizo una exposición comercial en la que participaron 22 empresas expositoras. Muchas de las cuales realizaron presentaciones específicas relacionadas con sus últimos desarrollos analíticos. El apoyo de dichas empresas a la reunión ha sido fundamental, tanto desde el punto de vista de presentación de novedades técnicas como desde el punto de vista económico, ya que han proporcionado el 40% de los ingresos totales de la reunión. Gracias a este apoyo, así como a la numerosa participación, el balance de la reunión ha sido también positivo desde un punto de vista económico y ha permitido cubrir los costes de las 55 becas a investigadores jóvenes que subvencionó nuestra sociedad. También tenemos que felicitarnos por la continuidad de los premios José Antonio García Domínguez a pesar de algunos cambios inevitables por reordenamientos empresariales. En este sentido, tengo que felicitar a Miguel Ángel Pérez por su constancia y apoyo a dichos premios. También quiero agradecer a Yolanda Picó, su enorme dedicación al desarrollo la reunión.

En otro orden de actividades, los asistentes también tuvieron la oportunidad de escuchar un concierto de instrumentos de viento, asistir a una mascletà, ver una exhibición de bailes valencianos, visitar el Oceanogràfic y pasar una tarde en la playa de Valencia.

Los comités directivos del ISC y de la *European Society for Separation Science* han quedado muy satisfechos del carácter que tuvo la reunión y de la fuerte vitalidad que tiene, a su juicio, la Cromatografía en España. Tal como hemos dicho en cartas anteriores, en estos tiempos de crisis económica es necesario intensificar las posibilidades de crecimiento en calidad. La Química Analítica y la Cromatografía son herramientas importantes para avanzar en este sentido. Hemos visto que afortunadamente gozan de buena salud tanto a nivel de desarrollo como de solvencia económica.

Ahora tenemos un reto nuevo. La organización de las XIII Jornadas de Análisis Instrumental en Expoquimia (14-16 noviembre 2011 en Barcelona). La reunión se organiza conjuntamente con la Sociedad Española de Química Analítica y, en esta ocasión, es la SEQA que adquiere la responsabilidad máxima de organización. El año 2011 es al mismo tiempo el Año de la Química, que se inaugurará oficialmente el mes de Febrero en la sede del Consejo Superior de Investigaciones Científicas en Madrid y se clausurará oficialmente el mes de Noviembre dentro de Expoquimia en Barcelona. La próxima edición de las Jornadas de Análisis Instrumental del año 2011 constituye una buena ocasión para mostrar la vitalidad de la Química Analítica en España y las oportunidades de desarrollo de calidad que se pueden apoyar en ella. La Cromatografía tiene otra buena oportunidad de brillar en este contexto.

**Joan O. Grimalt** *Presidente de la SECyTA* 



# Inyección de grandes volúmenes en cromatografía de gases (LVI-GC) y acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases (LC-GC)

Jose Manuel Cortés y Rosa María Toledano Escuela Técnica Superior de Ingenieros Agrónomos. Universidad de Castilla-La Mancha. Campus Universitario s/n. 02071 Albacete. Spain. E-mail: josemanuelcortes@uclm.es

#### **RESUMEN**

Las técnicas cromatográficas multidimensionales, como el acoplamiento de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases (LC-GC), permiten el análisis de muestras complejas de forma más eficaz y rápida que la proporcionada por los métodos convencionales. El presente trabajo revisa el estado actual de la inyección de grandes volúmenes (LVI) en cromatografía de gases (GC) y del acoplamiento LC-GC. Dicho acoplamiento es complejo ya que ambas técnicas trabajan en distinto estado (líquido y gas) y requiere de interfases robustas, y a ser posible automáticas, que permitan llevarlo a cabo.

#### 1. INTRODUCCIÓN

Los métodos de análisis de muestras complejas requieren frecuentemente etapas previas de preparación, generalmente de extracción-concentración y limpieza, que presentan numerosos inconvenientes. La tendencia actual en el análisis químico es desarrollar métodos que permitan disminuir el tamaño de muestra, simplificar la etapa de preparación de la misma y obtener una mejor sensibilidad. La LVI en GC, así como el acoplamiento directo LC-GC presentan numerosas ventajas para el análisis de muestras complejas, especialmente cuando los analitos se encuentran en muy baja concentración. El problema de la LVI y del acoplamiento LC-GC es básicamente el mismo: Introducir en GC un volumen, que puede ser de muestra líquida, de extracto, o de eluyente procedente de LC, muy superior a los normalmente inyectados en GC.

#### 2. INYECCIÓN DE GRANDES VOLUMENES (LVI) EN GC

Mientras que en una inyección convencional se introducen, como mucho, unos pocos microlitros, la LVI supone la introducción de hasta varios cientos de microlitros (*López y col.*, 1998) o incluso de varios mililitros (*Villén y col.*, 1999). Obviamente, inyectar mayores cantidades de muestra o de extracto, incrementa la sensibili-

dad y reduce la necesidad de realizar etapas de concentración previas necesarias para alcanzar los límites de detección requeridos, mejorando estos límites proporcionalmente al volumen de muestra inyectada (*Villén y col.*, 1999; Cortés y col., 2006a).

La LVI permite aumentar la sensibilidad cromatográfica y simplificar la etapa de preparación de muestra al evitar la etapa de concentración del extracto, que puede producir pérdidas de analitos (*Mol y col., 1996*), o incluso la etapa de extracción, inyectando directamente la muestra sin necesidad de ninguna etapa preliminar de preparación de la misma (*Villén y col., 1995 y 1996*). El inconveniente de la LVI es que, junto con los analitos, se pueden introducir impurezas que interfieran en el análisis. Es por ello que la LVI es adecuada sólo si se trata de muestras o extractos con un elevado grado de pureza.

Durante la inyección de la muestra, es condición indispensable que la mayor parte del disolvente se evapore, de modo que en la columna de GC se introduzca la menor cantidad posible, evitando así el deterioro de la misma. Se han desarrollado diferentes técnicas que permiten la LVI en GC. Estas técnicas utilizan una precolumna sin fase o zona sin retención (retention gap) (Mol y col., 1995) o un vaporizador con temperatura programada (PTV) (Mol y col., 1996). Cuando se utiliza la precolumna sin fase pueden usarse distintas técnicas como la inundación de la zona sin retención (Grob Jr. y Grob, 1983) o la evaporación simultánea parcial del disolvente (PCSE) utilizadas con una interfase en columna (Grob, 1995) o la evaporación simultánea completa del disolvente (FCSE) utilizadas con una interfase tipo espira (Grob y Stoll, 1986), que se explican a continuación más detalladamente. Cada una de las técnicas presenta sus ventajas e inconvenientes y la elección de una u otra dependerá de la composición de la muestra y de la naturaleza de los analitos. Para llevar a cabo el acoplamiento directo de diversas técnicas de extracción con GC, como la extracción en fase sólida (SPE) (Pocurull y col., 1998), la microextración líquido-líquido (LLME) (López y col., 1998) y el acoplamiento directo LC-GC (Mol y col., 1993), resulta inevitable la LVI en GC.

#### 3. ACOPLAMIENTO DIRECTO DE CROMATO-GRAFÍA DE LÍQUIDOS Y CROMATOGRAFÍA DE GASES (LC-GC)

En la mayoría de los casos, no es posible inyectar la muestra directamente en GC sin realizar unas etapas previas de preparación de la misma. Las etapas previas de extracción, concentración y limpieza presentan numerosos inconvenientes. En primer lugar, requieren gran cantidad de tiempo, lo que constituye una desventaja cuando el número de muestras a analizar es elevado. Además, es necesario emplear volúmenes relativamente elevados de disolventes orgánicos tóxicos, con los riesgos que conllevan para el analista y las consecuencias en cuanto al impacto medioambiental. Por otro lado, aumentan las posibilidades de introducir impurezas durante todo el proceso, procedentes de los disolventes o de los materiales empleados, que finalmente se concentran junto a los analitos provocando interferencias. Además, puede producirse pérdida de los analitos dando lugar, en último término, a errores en el análisis.

Una alternativa consiste en utilizar la cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC) como etapa de preparación de la muestra, lo que permite disponer de un proceso más rápido, disminuyendo además el consumo de disolventes y la posibilidad de introducir interferencias. Cuando se utiliza HPLC como etapa de preparación de la muestra, se recoge la fracción de interés que se obtiene del cromatógrafo de líquidos, y una alícuota de ésta se inyecta en el cromatógrafo de gases o bien, una vez obtenida la fracción de interés de HPLC, se realiza una etapa de concentración de la misma, como paso previo a la GC. Esto puede provocar cierta variabilidad, además de un consumo de tiempo añadido. Una alternativa a este procedimiento es el acoplamiento LC-GC, en el cual existe una conexión física entre ambas técnicas, permitiendo que la totalidad de la fracción de interés proveniente del cromatógrafo de líquidos sea transferida al cromatógrafo de gases, lo que proporciona una mayor sensibilidad y evita pérdidas de analitos, además de poder ser automatizado (Majors, 1980 y Goosens y col., 1998).

El acoplamiento LC-GC es además un sistema cromatográfico multidimensional, lo que facilita el análisis de muestras complejas. Combina la efectividad de la preseparación lograda en HPLC con el poder de separación de GC (Hyötyläinen y Riekkola, 1998; Dugo y col., 2003), permitiendo lograr una limpieza de la muestra mucho más rápida y eficaz que la que proporcionan los métodos de preparación convencionales, y por tanto conseguir unos resultados cuantitativos más reproducibles que los obtenidos con los métodos habituales (Grob y Lafranchi, 1989). Los diferentes mecanismos de separación de cromatografía de líquidos (LC) se pueden utilizar como fraccionamiento de la muestra, etapa de limpieza y etapa de preconcentración,

mientras que para la separación final se dispone del elevado poder de separación de GC con la posibilidad de utilizar diferentes detectores (*Hyötyläinen y Riekkola*, 2003).

La Figura 1 muestra un esquema en el que se representa un diagrama de flujo que puede servir de guía para decidir cuando es conveniente utilizar el acoplamiento LC-GC (*Hyötyläinen y Riekkola*, 2003).

El desarrollo del acoplamiento directo LC-GC se ha enfocado desde tres perspectivas diferentes. La primera de ellas consiste en transferir una pequeña parte de la fracción de interés de LC con el fin de evitar la introducción de gran cantidad de disolvente en GC. El segundo enfoque se basa en reducir el diámetro de la columna de líquidos (micro-LC) disminuyendo de este modo el volumen de la fracción de interés a transferir. El tercer enfoque, y a su vez el más interesante, implica disponer de interfases que permitan la introducción de grandes volúmenes en GC, y realizar la transferencia completa de la fracción que se eluye de LC empleando columnas convencionales.

En el acoplamiento LC-GC se transfieren cantidades que incluso pueden llegar a ser de varios mililitros, por lo que el eluyente de LC debe ser evaporado antes de introducir los analitos en la columna de GC. La principal dificultad del acoplamiento LC-GC radica en el hecho de que las dos técnicas trabajan en distintos estados físicos (*Dugo y col.*, 2003).

La separación mediante HPLC es posible realizarla tanto en fase normal como en fase inversa, siendo en este último caso especialmente difícil realizar la transferencia a GC (*Grob*, 1991), debido a la agresividad química de algunos eluyentes empleados en fase inversa, la elevada tensión superficial y el elevado volumen de vapor generado por los disolvente polares, fundamentalmente el agua, frente a los disolventes apolares empleados en fase normal (*Mondello y col.*, 1996). Este hecho ha supuesto una importante limitación en el desarrollo del acoplamiento entre cromatografía de líquidos en fase inversa y cromatografía de gases (RPLC-GC), lo que ha provocado que la mayor parte de las aplicaciones descritas referidas al acoplamiento LC-GC sean en fase normal (*Grob*, 2000).

Sin embargo, es sabido que gran parte de las separaciones realizadas por HPLC requieren el empleo de fase inversa. Y, aunque es posible utilizar la fase normal para determinadas aplicaciones, es obvio que la utilización de fase inversa permite una mayor flexibilidad.

Para poder llevar a cabo el acoplamiento directo LC-GC se necesita disponer de una interfase que permita evaporar el disolvente hasta cantidades admisibles en GC, retener los compuestos de interés y transferirlos a la columna de GC (*Dugo y col.*, 2003).

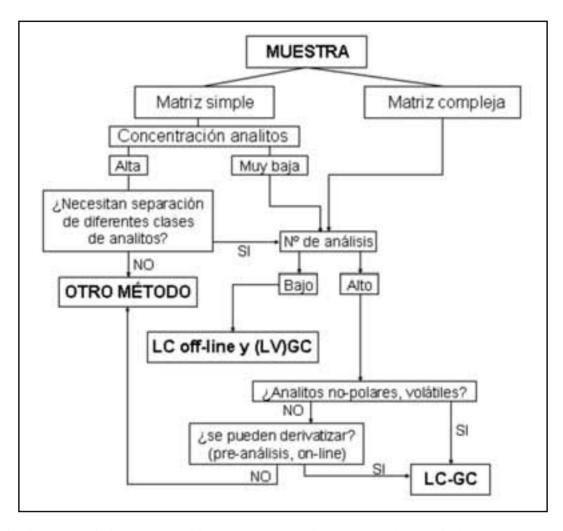


Figura 1. Diagrama de flujo: ¿Cuándo utilizar LC-GC? Traducido de Hyötyläinen y Riekkola, 2003 con permiso de Elsevier.

# 4. INTERFASES UTILIZADAS PARA LA LVI Y PARA ELACOPLAMIENTO LC-GC

A continuación se describen algunos aspectos relativos a las principales interfases utilizadas para el acoplamiento LC-GC.

#### 4.1. Interfase de inyector automático

La primera interfase para acoplamiento directo LC-GC fue descrita por *Majors* en *1980*, y consiste en un cromatógrafo de líquidos unido a un cromatógrafo de gases con un inyector automático con la jeringa modificada de manera que el eluyente de LC circula a través de la jeringa. Cuando la fracción de interés se encuentra en el interior de dicha jeringa, se corta el flujo de LC y se procede a la inyección en GC. El inconveniente de esta interfase es

que el volumen de eluyente que puede ser transferido es pequeño, lo que impide tener una elevada sensibilidad.

#### 4.2. Interfase en columna

La interfase en columna, como se ha comentado anteriormente, se utilizó inicialmente para la LVI en GC, y posteriormente para el acoplamiento LC-GC.

El sistema LC se conecta a la interfase en columna a través de una válvula de seis vías que permite enviar el eluyente proveniente de LC al desecho o al GC Esta interfase emplea una zona sin retención o precolumna capilar sin fase, conectada a la columna capilar de GC (*Grob Jr. y col.*, 1985). (Figura 2). Otros trabajos más recientes sitúan una precolumna con fase anterior a la salida de vapor del disolvente entre la precolumna sin fase y la columna



# Inyección de grandes volúmenes en cromatografía de gases (LVI-GC) y acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases (LC-GC)

analítica (*Adachour y col. 2001*, *Kristenson y col. 2002*), lo que permite retener los compuestos más volátiles. La temperatura del horno se mantiene por debajo del punto de ebullición del disolvente, de manera que se forme una película en la pared interior de la precolumna sin fase que permite enfocar la muestra y evaporar del disolvente.

Se puede utilizar la técnica de "inundación de la zona sin retención", en la que cuando toda la fracción de interés se encuentra en la precolumna sin fase que forma una película de disolvente que retiene los analitos, se hace pasar un gas que evapora el disolvente desde el principio hasta el final de la precolumna. El volumen que puede ser transferido con esta técnica es limitado y depende del tamaño de la precolumna sin fase. Para aumentar el volumen inyectado se puede utilizar la técnica de evaporación parcial simultanea del disolvente (PCSE) con la que se consigue evaporar la mayor parte del disolvente, mediante una corriente de gas que se introduce al mismo tiempo que se transfiere la muestra, lo que permite inyectar volúmenes mayores. Con la técnica PSCE es necesario optimizar una serie de parámetros como son: la longitud de la zona inundada en relación con la longitud de la precolumna sin fase, la velocidad de introducción de la muestra y la velocidad de evaporación. Para que se produzca la PCSE la velocidad de introducción de la muestra debe ser mayor que la de evaporación del disolvente. Esta técnica se ha empleado para el análisis de plaguicidas organofosforados en aceite de oliva empleando cromatografía de permeación en gel (GPC) acoplada a GC (Jongenotter y col., 1999).

Adachour y col. 2001, usaron un sistema de salida de vapor del disolvente controlado electrónicamente, lo que permitía determinar el fin de la evaporación del disolven-

te y, al mismo tiempo cerrar dicha salida. De este modo se consigue mejorar dos aspectos, por un lado el pico de disolvente es más estrecho lo que permite aumentar la capacidad de carga de la "retention gap", y además disminuye la pérdida de sustancias volátiles durante la evaporación del disolvente.

También es posible utilizar la interfase en columna con la técnica denominada "evaporación simultánea completa del disolvente" (FCSE) mediante una precolumna corta sin fase y un flujo de gas elevado (*Hyötyläinen y Riekkola, 2003*), si bien es más común utilizar la FCSE con la interfase tipo espira, que se describe más adelante.

Numerosos autores han señalado las grandes dificultades que se presentan al introducir eluyentes acuosos utilizando este sistema (*Grob y Artho, 1991; Grob y Li, 1989*), ya que la elevada tensión superficial de estos eluyentes impide la formación de la película del disolvente necesaria en la precolumna. Se han descrito algunas aplicaciones utilizando esta interfase y empleando fase inversa en LC (*Goosens y col., 1991; Powelse y col., 1988*). Sin embargo, los resultados obtenidos no son satisfactorios.

#### 4.3. Interfase tipo espira

Esta interfase utiliza una válvula de seis vías con una espira o "loop" que permite almacenar la fracción de interés. Una vez que toda la fracción de interés se encuentra en el interior de la misma, la válvula gira y mediante un flujo de gas portador se introduce la muestra en el cromatógrafo de gases, como se muestra en la Figura 3.

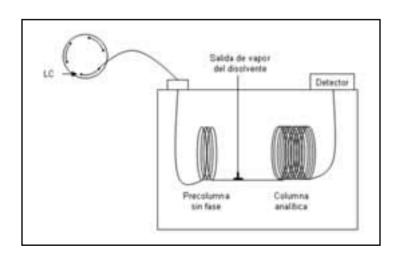


Figura 2. Esquema de la interfase en columna.

Previa a la columna analítica de GC, se encuentra una precolumna sin fase unida a otra precolumna con fase y ésta unida a la columna analítica con una salida de vapor entre ambas, tal como se muestra en la Figura 4. En la precolumna sin fase tiene lugar la evaporación del disolvente. La precolumna con fase tiene la finalidad de retener los analitos, disminuyendo su pérdida junto con el disolvente.

Con esta interfase se utiliza la técnica FCSE. Cuando la fracción de interés pasa a la precolumna sin fase, que se encuentra en el interior del horno de GC, éste se encuentra a una temperatura superior a la temperatura de ebullición del disolvente, por lo que se produce la evaporación del disolvente junto con los analitos más volátiles. La velocidad de transferencia ha de ser igual a la de evapora-

ción, consiguiendo así que la evaporación del disolvente durante la transferencia sea completa.

Con la utilización de esta técnica, es posible inyectar varios mililitros en tiempos relativamente cortos, habiéndose llegado a inyectar 20 ml en menos de 20 minutos (*Grob y col.*, 1989).

La desventaja fundamental es la posible evaporación de solutos volátiles junto con el eluyente, además del ensanchamiento de picos en GC. Por lo tanto, este sistema es adecuado para el análisis de compuestos poco volátiles. También es posible disminuir el punto de ebullición del eluyente mediante la adición de un co-solvente. Generalmente, para simplificar la optimización se elige un co-solvente que forme una mezcla azeotrópica con el eluyente principal (*Hyötyläinen y Riekkola*, 2003).

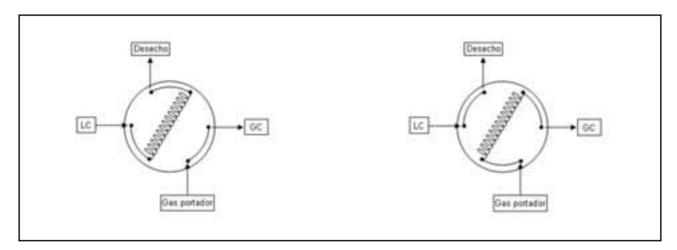


Figura 3. Esquema de la interfase tipo espira.

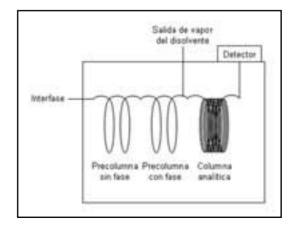


Figura 4. Esquema del interior del horno de GC cuando se utiliza una interfase tipo espira.

# Inyección de grandes volúmenes en cromatografía de gases (LVI-GC) y acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases (LC-GC)

En el caso de RPLC-GC con eluyentes acuosos, los compuestos a analizar deben tener puntos de ebullición elevados. Estos eluyentes necesitan temperaturas superiores para su evaporación, por lo que los analitos volátiles se eliminan junto con el eluyente, de ahí que la mayoría de las aplicaciones descritas en la bibliografía emplean fase normal al utilizar esta interfase, como por ejemplo la determinación de acilgliceroles en aceite (*Lechner y col.*, 1997), alcanos en diferentes tipos de aceite (*Moret y col.*, 2003; *Koprivnjak y col.*, 2005).

#### 4.4. Vaporizador con temperatura programada (PTV)

La fracción de LC que contiene los analitos de interés es enviada al PTV donde se produce la adsorción o absorción de los analitos en el material que rellena la camisa interior del PTV, el disolvente es eliminado y a continuación se produce un rápido calentamiento del PTV dando lugar a la desorción térmica de los analitos, que pasan a la columna cromatográfica.

En el acoplamiento entre cromatografía de líquidos en fase normal y cromatografía de gases (NPLC-GC), el disolvente se elimina en forma evaporativa, a través de la salida de división de flujo o de la purga de septum, y la camisa interior del PTV actúa como una precolumna de GC.

En el acoplamiento RPLC-GC el disolvente se elimina en modo evaporativo y/o no evaporativo (*Mol y col.*, 1993) y la camisa interior del PTV actúa como una columna de extracción en fase sólida (SPE).

En la eliminación del disolvente, en forma de vapor y/o de líquido, a través de la salida de división de flujo,

éste pasa por la cabeza de la columna de GC pudiendo introducirse en el GC, provocando el deterioro del sistema (Figura 5a). Una alternativa para evitar este problema es desconectar la columna de GC durante la transferencia (Figura 5b) manteniendo la salida de división de flujo cerrada. El disolvente se elimina a través de la parte inferior del inyector arrastrado por un elevado flujo de gas portador. Finalizada la eliminación del disolvente y después de un tiempo adicional de purga, la columna se vuelve a conectar para el análisis (*Villén y col., 1995; Flores y col., 2006*). El problema que presenta este sistema es que no puede ser automatizado.

El PTV, como interfase, ha sido utilizado para el análisis de bifenilos policlorados (PCBs) en agua de río, vino y zumo por LVI realizando una extracción con membrana previa a la inyección (*Schellin y Popp, 2003*). También se ha empleado para el análisis de volátiles en aceites empleando fase inversa en LC (*Caja y col., 2000*). Además de haberse empleado en el análisis de alimentos, existen algunas aplicaciones orientadas al análisis de muestras biológicas, como por ejemplo, narcóticos en saliva (*Teske y col., 2003*).

# 4.5. Interfase Through Oven Transfer Adsorption Desorption (TOTAD)

La interfase TOTAD (Through Oven Transfer Adsorption Desorption) fue descrita por primera vez por *Pérez y col.* en 1999. Fue patentada por *Villén y col.*, (1998) (patente española nº ES 2 152-153; extendida a EEUU). Posteriormente fue modificada y de nuevo patentada por *Villén y col.*, (2005) (solicitud de patente española nº P200503046, extendida a Europa, EEUU, China, Japón, India, Brasil, Rusia). Consta de un inyector PTV,

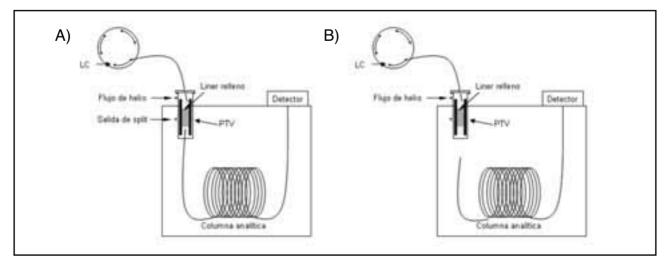


Figura 5. Esquema de la interfase que emplea un PTV.

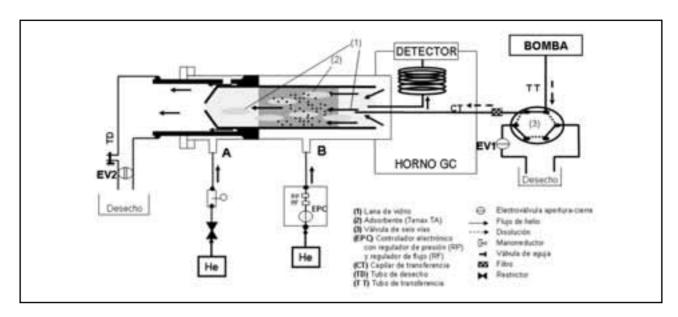


Figura 6. Esquema de la interfase TOTAD durante la etapa de transferencia.

que ha sido ampliamente modificado, al que en lo sucesivo denominaremos "cuerpo de la interfase", una serie de válvulas de apertura y cierre y de una válvula de seis vías. Las modificaciones del PTV afectan al sistema neumático, a la introducción de la muestra, a la eliminación del disolvente y al modo de operación (*Alario y col.*, 2001). En la Figura 6 se muestra un esquema de la interfase.

El eluyente que proviene del HPLC puede ser enviado al desecho o al GC, según la posición de la válvula de seis vías. Cuando es enviado al GC, el eluyente atraviesa la camisa de vidrio, entrando por el extremo más cercano al horno y saliendo por el más alejado. Los analitos quedan retenidos en el adsorbente o absorbente, que rellena la camisa de vidrio, y el disolvente es eliminado, parcialmente evaporado, por una salida situada en el extremo exterior del cuerpo de la interfase, empujado por helio. Durante la transferencia, el cuerpo de la interfase permanece a temperaturas relativamente bajas, permitiendo de este modo la retención de los analitos y la eliminación del disolvente, que tiene lugar tanto en modo evaporativo como no evaporativo. Una vez terminada la transferencia, se eliminan los restos del disolvente que aún quedan en el capilar de transferencia y, posteriormente, se cierran las válvulas y se produce la desorción de los compuestos de interés, mediante un calentamiento rápido del cuerpo de la interfase, pasando los analitos a la columna de GC.

La interfase TOTAD ha demostrado ser eficaz para la LVI de muestra o de extracto en GC, tanto con disolventes apolares como polares o incluso acuosos, permitiendo inyectar volúmenes mayores que cualquier otra técnica (Hoh y Mastovska, 2008). En este sentido, se han desarrollado métodos de análisis de residuos de plaguicidas en hortalizas por LVI de extracto en acetato de etilo (Cortés y col., 2006a) y de análisis de residuos de plaguicidas en agua por LVI de la muestra sin tratamiento previo alguno (Alario y col., 2001). También ha demostrado ser eficaz para llevar a cabo el acoplamiento LC-GC, tanto cuando la etapa de LC se lleva a cabo en fase normal (NPLC-GC) como en fase inversa (RPLC-GC) si bien, a pesar de su mayor dificultad, en la mayoría de los métodos desarrollados se emplea la fase inversa en LC, dada su mayor versatilidad. Así, el acoplamiento RPLC-GC ha sido utilizado en el análisis de residuos de plaguicidas en agua (Pérez y col., 1999 y 2000), en aceite de oliva (Sánchez y col., 2003, 2004 y 2005; Díaz-Plaza y col., 2007 y Flores y col., 2008a), en frutos secos (Cortés y col., 2008) y en licopeno extraído de tomate (Cortés y col., 2009), así como en el análisis de compuestos minoritarios en aceite de oliva (Cortés y col., 2006b) y de jasmonato de metilo en muestras aromáticas (Flores y col., 2008b).

A modo de conclusión, en la Tabla 1 se pueden ver los aspectos a destacar, tanto positivos como negativos de las interfases más destacables, así como algunas de las aplicaciones con las mismas.

Tabla 1. Comparación de interfases para LVI y LC-GC.

	En columna	Tipo Espira	PTV	TOTAD
Idoneidad para muestras acuosas	Pobre	Sólo para analitos con altos puntos de ebullición	Buena para analitos de volatilidad media	Muy buena
Intervalo de volatilidades/ °C	>90-110	Alto >240 muestras acuosas	>130-150	>90
Robustez	Baja	Media	Relativamente baja	Relativamente alta
Condiciones de transferencia	Complicadas de ajustar	Fáciles de ajustar	Complicadas de ajustar	Complicadas de ajustar
Volumen transferido	>50-200µ1	>100-200 μ1 Hasta 20m1 (LVI)	>1m1	Ilimitado
Ventajas	Permite analizar compuestos relativamente volátiles	Condiciones son fáciles de ajustar	Permite analizar compuestos relativamente volátiles	Permite transferir disolventes apolares, polares, incluso agua Totalmente automatizado
Desventajas	Dificultades con la estabilización de la zona de retención. Numerosos parámetros a optimizar	Limitado sólo a compuestos poco volátiles y muestras limpias	Muchos parámetros a optimizar. Poca aplicabilidad para analitos con altos puntos de ebullición	Muchos parámetros a optimizar
Matrices	Jet fuel, Suelo, Aire, Sangre humana, Agua, Vegetales, Aceite	Frutos secos, Cacao, Aceites, Verduras Granos de café Mantequilla Comida infantil	Frutas, Aceites esenciales, Aire, Agua, Sedimentos, Vinos, Zumos, Diesel, Verduras, Frutas, Plasma, Saliva, Tejido adiposo humano	Aceites comestibles, Aceite de motor, Aceites esenciales, Frutas y verduras, Frutos secos, Agua Diesel, Orina
Analitos	PCBs, PAHs Plaguicidas, Haloanilinas, Fenoles, Ácidos orgánicos	Plaguicidas, PBD, PAHs, n-alcanos, Hidrocarburos, Esteroles, Ésteres, Ácidos grasos, Furanos	Lactonas quirales Limoneno y pineno, Dioxinas PBDEs, PCBs, PAHs, Plaguicidas, Fenoles, Narcóticos	Plaguicidas, Epijasmonato de metilo, Esteroles, Tocoferoles, Escualeno, PAHs, PCBs, Hidrocarburos

#### BIBLIOGRAFÍA

- Adachour, M.; Kristenson, E.M.; Vreuls, R.J.J., Brinkman, U.A. Th. Investigations on analyte losses in system suited for large-volume on -column injections. *Chromatographia* **2001**, 53:237-243.
- Alario, J.; Pérez, M.; Vázquez, A.; Villén, J. Very-large-volume sampling of water in gas chromatography using the through oven transfer adsorption desorption (TOTAD) interface for pesticide-residue analysis. *J. Chromatogr. Sci.* 2001, 39: 65-69.
- Caja, M.M.; Ruiz del Castillo, M.L.; Álvarez, R.M.; Herraiz, M.; Blanch, G.P. Analysis of volatile compounds in edible oils using simultaneous distillation-solvent extraction and direct coupling of liquid chromatography with gas chromatography. *Eur. Food Res. Technol.* 2000, 211: 45-51.
- Cortés, J.M.; Sánchez, R.; Díaz-Plaza, E.M.; Villén J.; Vázquez, A. Large volume GC injection for the analysis of organophosphorus pesticides in vegetables using the through oven transfer adsorption desorption (TOTAD) interface. *J. Agric. Food Chem.* 2006a, 54: 1997-2002.
- Cortés, J.M.; Sánchez, R.; Villén, J.; Vázquez, A.M. Analysis of unsaponificable compounds of edible oils by automated on-line coupling reversed-phase liquid chromatography-gas chromatography using the Through Oven Transfer Adsorption Desorption interface. *J. Agric. Food Chem* 2006b, 54: 6963-6968.
- Cortés, J.M.; Toledano, R.M.; Villén, J.; Vázquez, A.M. Analysis of pesticides in nuts by online Reversed-phase liquid chromatography—gas chromatography using the through-oven transfer adsorption/desorption interface. *J. Agric. Food Chem* 2008, 56: 5544-5549.
- Cortés, J.M.; Vázquez, A.M.; Santa María, G.; Blanch, G.P.; Villén, J. Pesticide residue analysis by RPLC-GC in lycopene and other carotenoids obtained from tomatoes by Supercritical Fluid Extraction. *Food Chem.* 2009, 113: 280-284.
- Díaz-Plaza, E.M.; Cortés, J.M.; Vázquez, A.; Villén, J. Automated determination of pesticide residues in olive oil by on-line reversed-phase liquid chromatography-gas chromatography using the through oven transfer adsorption desorption interface with electron-capture and nitrogen-phosphorus detectors operating simultaneously. *J. Chromatogr. A* 2007, 1174: 145-150.
- **Dugo, P.;** Dugo, G.; Mondello, L. On-line coupled LC-GC: Theory and applications. *LC-GC Eur.* **2003**, 16: 35-43.
- Flores, G.; Herraiz, M.; Ruiz del Castillo, M.L. Use of a superabsorbent polymer for the preconcentration of volatile components from complex matrices. *J. Sep. Sci.* 2006, 29: 2677-2683.
- Flores, G.; Díaz-Plaza, E.M.; Cortés, J.M.; Villén, J.; Herraiz, M. Use of absorbents material in on-line coupled reversed-phase liquid chromatography-gas chromatography via the through oven transfer adsorption desorption interface. *J. Chromatogr. A* 2008a, 1211: 99-103.

- Flores, G.; Blanch, G.P.; Ruiz del Castillo, M.L. Through oven transfer adsorption-desorption interface for the analysis of methyl jasmonate in aromatic samples by online RPLC-GC. J. Sep. Sci. 2008b, 31: 1207-1214.
- Goosens, E.C.; De Jong, D.; Van Der Berg, J.H.M.; De Jong, G.J.; Brinkman, U.A.Th. Reversed-phase liquid chromatography coupled on-line with capillary gas chromatography: I. Introduction of large volumes of aqueous mixtures through an on-column interface. *J. Chromatogr. A* 1991, 552: 489-500.
- Goosens, E.C.; De Jong, D.; Brinkman, U.A.Th. On-line sample treatment-capillary gas chromatography. *Chromatographia* **1998**, 47: 313-345.
- Grob Jr., K. y Grob, K. Determination of the depth of retention gaps in capillary gas chromatography. *J. Chromatogr. A* 1983, 270: 17-27.
- Grob, Jr., K.; Karrer, G.; Riekkola, M.L. On-column injection of large sample volumes using the retention gap technique in capillary-gas chromatography. *J. Chromatogr. A* 1985, 334: 129-155.
- **Grob, K.** LC for sample preparation in coupled LC-GC: A review. Chimia **1991**, 45: 109-113.
- **Grob, K.** Development of the transfer techniques for online high-performance liquid chromatography-capillary gas chromatography. *J. Chromatogr. A* **1995**, 703: 265-276.
- **Grob, K.** Efficiency through combining high-performance liquid chromatography and high resolution gas chromatography: progress 1995-1999. *J. Chromatogr. A* **2000**, 892: 407-420.
- Grob, K. y Artho, A. Carbowax-deactivated GC precolumns capable of resisting water *J. High Resolut. Chromatogr.* **1991**, 14: 212-214.
- **Grob, K.** y Lafranchi, M. Reproducibility of results from LC-GC of sterols and wax esters in olive oils. *J. High Resolut. Chromatogr.* **1989**, 12: 624-626.
- **Grob, K.** y Li, Z. Introduction of water and water-containing solvent mixtures in capillary gas chromatography: I. Failure to produce water-wettable precolumns (retention gaps). *J. Chromatogr.* **1989**, 473: 401-409
- **Grob, K.** y Stoll, J.M. Loop-type interface for concurrent solvent evaporation in coupled HPLC-GC. Analysis of raspberry ketone in a raspberry sauce as an example. *J. High Resolut. Chromatogr.* **1986**, 9: 518-523.
- **Grob, K.**; Schmarr, H-G; Mosandl, A. Early solvent vapor exit in GC for coupled LC-GC involving concurrent eluent evaporation. *J. High Resol. Chromatogr.* **1989**, 12: 375-382.
- Hoh, E. y Mastovska, K. Large volume injection techniques in capillary gas chromatography. *J. Chromatogr. A* **2008**, 1186: 2-15.
- Hyötyläinen, T. y Riekkola M.L. Direct coupling of reversed-phase liquid chromatography to gas chromatography. *J. Chromatogr. A* 1998, 819: 13-24.
- Hyötyläinen, T. y Riekkola, M.L. On-line coupled liquid chromatography-gas chromatography. J. Chromatogr. A 2003, 1000: 357-384.

- Jongenotter, G.A.; Kerkhoff, M.A.T.; Van der Knaap, H.C.M.; Vandeginste, B.G.M. Automated on-line GPC-GC-FPD involving co-solvent trapping and the on-column interface for the determination of organophosphorus pesticides in olive oils. *J. High Resol. Chromatog.* 1999, 22: 17-23.
- **Koprivnjak, O.**; Moret, S.; Populin, T.; Lagazio, C.; Conte, L.S. Variety differentiation of virgin olive oil based on n-alkane profile. *Food Chem.* **2005**, 90: 603-608.
- Kristenson, E.M.; Kamminga, D.A., Catalina, M.I., Espiga, C.; Vreuls, R.J.J., Brinkman, U.A. Th. Role of the retaining precolumna in large.volume on-column injections of volatiles to gas chromatography large-volume on-column injections. *J. Chromatogr. A* 2002, 975:95-104.
- Lechner, M.; BauerPlank, C.; Lorbeer, E. Determination of acylglycerols in vegetable oil methyl esters by on-line normal phase LC-GC. *J. High Resol. Chromatog.* 1997, 20: 581-585.
- López, F.J.; Beltran, J.; Forcada, M.; Hernández, F. Comparison of simplified methods for pesticide residue analysis: Use of large-volume injection in capillary gas chromatography. *J. Chromatogr. A* 1998, 823: 25-33.
- Majors, R.E. Multidimensional high performance liquid chromatography. *J. Chromatogr. Sci.* **1980**, 18: 571-579.
- Mol, H.G.J.; Janssen, H.G.; Cramers, C.A.; Brinkman, U.A.Th. Use of a temperature programmed injector with a packed liner for direct water analysis and on-line reversed phase LC-GC. *J. High Resolut. Chromatogr.* **1993**, 16: 459-463.
- Mol, H.G.J.; Janssen, H.G.; Cramers, C.A.; Vreuls, J.J.; Brinkman, U.A.Th. Trace level analysis of micropollutants in aqueous samples using gas chromatography with online sample enrichment and large volume injection *J. Chromatogr. A* 1995, 703: 277-307.
- Mol, H.G.J.; Janssen, H.G.; Cramers, C.A.; Brinkman, U.A.Th. Large-volume injection in gas-chromatographic trace analysis using temperature-programmable (PTV) injectors. *Trends Anal. Chem.* 1996, 15: 206-214.
- Mondello, L.; Dugo, G.; Bartle, K.D. On-line microbore high performance liquid chromatography-capillary gas chromatography for food and water analyses. A review. *J. Microcol. Sep.* **1996**, 8: 275-310.
- Moret, S.; Populin, T.; Conte, L.S.; Grob, K.; Neukom, H.P. Occurrence of C-15-C-45 mineral paraffins in olives and olive oils. *Food Addit. Contam.* **2003**, 20: 417-426.
- **Pérez, M.;** Alario, J.; Vázquez, A.; Villén, J. On-line reversed phase LC-GC by using the new TOTAD (Through Oven Transfer Adsorption Desorption) interface: Application to parathion residue analysis. *J. Microcol. Sep.* **1999**, 11: 582-589.
- Pérez, M.; Alario, J.; Vázquez, A.; Villén, J. Pesticide residue analysis by off-line SPE and on-line reversed-phase LC-GC using the through-oven-transfer adsorption/desorption interface. *Anal. Chem.* 2000, 72: 846-852.
- **Pocurull, E.;** Aguilar, C.; Borrull, F.; Marcé, R.M. Online coupling of solid-phase extraction to gas chromatography with mass-spectrometric detection to determine pesticides in water. *J. Chromatogr. A* **1998**, 818: 85-93.

- Powelse, A.; De Jong, D.; Van Der Berg, J.H.M. Use of a polar coated retention gap for the introduction large volumes of polar solvents in on-column capillary gas chromatography. J. High Resolut. Chromatogr. 1988, 11: 607-609.
- Sánchez, R.; Vázquez, A.; Riquelme, D.; Villén, J. Direct analysis of pesticide residues in olive oil by on-line reversed phase liquid chromatography-gas chromatography using an automated through oven transfer adsorption desorption (TOTAD) interface. *J. Agric. Food Chem.* 2003, 51: 6098-6102.
- Sánchez, R.; Vázquez, A.; Andini, J.C.; Villén, J. Automated multiresidue analysis of pesticides in olive oil by on-line reversed-phase liquid chromatography—gas chromatography using the through oven transfer adsorption—desorption interface *J. Chromatogr. A* 2004, 1029: 167-172.
- Sánchez, R.; Cortés, J.M.; Villén, J.; Vázquez, A.M. Determination of organophosphorus and triazine pesticides in olive oil by on-line reversed-phase liquid chromatography-gas chromatography with a nitrogen-phosphorus detector using an automated through oven transfer adsorption-desorption interface. *J. AOAC Int.* 2005, 88: 1255-1260.
- Schellin, M. y Popp, P.; Membrane-assisted solvent extraction of polychlorinated biphenyls in river water and other matrices combined with large volume injectiongas chromatography-mass spectrometric detection. *J. Chromatogr. A* 2003, 1020: 153-160.
- Teske, J.; Putzbach, K.; Engewald, W.; Kleemann, W.J., Muller, R.K. Optimization of large-volume programmed-temperature vaporizing injection for gas chromatographymass spectrometry. Analysis of narcotics and stimulants in biological fluids with reduced sample consumption. *Chromatographia* 2003, 57: 271-273
- Villén, J.; Señoráns, F.J.; Reglero, G.; Herraiz, M. Analysis of wine aroma by direct injection in gas chromatography without previous extraction. J. Agric. Food. Chem. 1995, 43: 717-722.
- Villén, J.; Señoráns, F.J.; Reglero, G.; Herraiz, M. Analysis of volatile components by direct injection of real-life samples by using a programmed-temperature vaporizer. Z. Lebensm. Unters. Forsch. 1996, 202: 270-274.
- Villén, J.; Marina, M.L.; Herraiz, M.; Blanch, G.P.; Vázquez, A.M. Dispositivo de interfase para el acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases. 1998. Patente nº ES 2 152-153. Universidad de Castilla-La Mancha, Universidad de Alcalá y Consejo Superior de Investigaciones Científicas.
- Villén, J.; Señoráns, F.J.; Herraiz, M. Very large volume sample introduction in capillary gas chromatography using a programmed temperature injector for pesticide analysis. *J. Microcol. Sep.* 1999, 11: 89-95.
- Villén, J.; Vázquez, A.M.; Sánchez, R.; Gibert, R. Dispositivo inyector interfase para acoplamiento directo de cromatografía de líquidos y cromatografía de gases. 2005. Solicitud de patente nº P200501284. Universidad de Castilla- La Mancha.

# NOTICIAS DE LA SECYTA

#### XXVIII INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON CHROMATOGRAPHY (ISC 2010)

#### INCLUYE LA X REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECYTA (39ª DEL GCTA)

El XXVIII Simposio Internacional sobre Cromatografía (ISC2010) tuvo lugar en Valencia (España) en el Palacio de Congresos del 12 al 16 de septiembre de 2010.

Este Simposio de referencia mundial en el campo de la cromatografía y técnicas afines abordó una amplia gama de aspectos, divididos en 9 sesiones plenarias y 36 sesiones de comunicaciones orales. Se trataron temas relacionados con los fundamentos en cromatografía; cromatografía de gases; cromatografía de líquidos; cromatografía multidimensional; técnicas acopladas; separaciones rápidas; tecnología de columna; separaciones conducidas con electricidad; cromatografía de fluidos supercríticos; enantioseparaciones; nuevos métodos de detección; nanotecnología; procesos industriales y análisis de productos; medio ambiente; especiación; calidad y seguridad alimentaria; clínica y farmacia; ciencias de la vida/bioanálisis; medicina forense y polímeros.

El programa del Simposio también incluyó talleres, seminarios y cursos cortos impartidos por expertos en este campo, y por casas comerciales especializadas que ofrecieron una excelente oportunidad para aprender sobre los más recientes avances científicos y tecnológicos en todos los campos de las técnicas de separación.

En total se presentaron 578 comunicaciones, que quedaron distribuidas de la siguiente forma:

Comunicaciones invitadas	9
• Comunicaciones orales	123
• Comunicaciones tipo cartel	446

Los conferenciantes invitados al XXVIII Simposio Internacional sobre Cromatografía (ISC2010) fueron los siguientes:

**Boguslaw Buszewski.** Nicolaus Copernicus University (Torün, Polonia). "Electromigration methods for the separation of bacteria. Effect of charge distribution".

Alejandro Cifuentes. Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL). Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC). (Madrid, España). "Progress in the omics analysis of foods: Foodomics".

**Salvatore Fanali.** Institute of Chemical Methodologies. CNR. Monterotondo Scalo (Roma, Italia). "Chiral analysis: a challenging issue for miniaturized techniques".

Georges Guiochon y Lois Ann Beaver. University of Tennessee (Knoxville, Tennessee, USA). "Separation Science - Key to successful Biopharmaceuticals".

Vaclav Kasicka. Institute of Organic Chemistry and Biochemistry. Academy of Sciences of the Czech Republic (Praga, República Checa). "Capillary and free-flow electrophoresis applied to analysis, purification and characterization of biologically active peptides"

**Ryszard Lobinski.** University of Pay and Pays de l'Adour (Pau, Francia). "Facets of specific detection in chromatography and electrophoresis: progress in speciation analysis".

**Jean-Luc Veuthey.** University of Lausanne-University of Geneva (Switzerland). "New findings in high speed, high temperature and high pressure chromatography".

**Ian D. Wilson.** AstraZeneca (Macclesfield, Cheshire, Inglaterra). "Recent contributions of chromatography to the understanding of drug metabolism".

**Amadeo R. Fernández-Alba.** Universidad de Almería (Almería, España). "Challenges and future trends pf pesticide food residue control in Europe".

Después de la ceremonia de clausura del jueves 16 de septiembre, se celebró la entrega de la VI edición de los premios José Antonio García Domínguez, patrocinados por Bruker Chemical Analysis, a las mejores comunicaciones orales y tipo cartel que merecieron el reconocimiento del Jurado. Asimismo, se concedieron los premios a las mejores comunicaciones en forma de cartel patrocinados por Springer, y la Sociedad Europea de Ciencias de la Separación (EuSSS) otorgó un premio al investigador joven (menor de 35 años) que hubiera contribuido de una forma significativa a los avances en cromatografía y técnicas afines.

Además, el ISC 2010 contó con un atractivo programa social que permitió disfrutar de la ya emblemática Ciudad de las Artes y las Ciencias, así como de las playas de Valencia, haciendo del Simposio un evento inolvidable para todos los asistentes.

Por último, es de destacar la encomiable labor llevada a cabo por el Comité Organizador que logró que este Simposio fuera un auténtico éxito, permitiendo la discusión e intercambio de resultados y tendencias sobre los avances metodológicos que contribuyen al desarrollo de la cromatografía y técnicas afines.

> F. Javier Moreno Andújar (Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación, CIAL, CSIC)



## NOTIGIAS DE LA SEGYTA

#### PREMIOS ISC 2010

#### Premios JOSÉ ANTONIO GARCÍA DOMÍNGUEZ

 Primer premio a la mejor comunicación Oral (1.000 ⊕: S10-01

Chromatographic Methods for the Analysis of Polycyclic Aromatic Sulfur Heterocycles M. Nocun and J. T. Andersson Institute of Inorganic and Analytical Chemistry, University of Münster (Germany)

 Segundo Premio a la mejor Comunicación Oral (500 ⊕:

Desierto

• Primer Premio al mejor Póster (400 €): P03-004

Advantages of Microemulsions as Mobile Phases in High Performance Liquid Chromatography E. B. Pashkova, A.V. Pirogov, O.A. Shpigun Moscow State University

• Segundo Premio al mejor Póster (200 ⊕: P17-005

Separation and Characterization of Alpha 2-3 and 2-6 Isomeric Sialylated O-Glycopeptides from Proteolytically Digested Caseinomacropeptide using Hydrophilic Interaction Liquid Chromatography (HILIC)-Tandem Mass Spectromtery

O. Hernández-Hernández <sup>1</sup>, R. Lebrón-Aguilar <sup>2</sup>, J. Quintanilla-López <sup>2</sup>, M.L. Sanz <sup>1</sup>and F. J. Moreno <sup>3</sup> Instituto de Química Orgánica General <sup>1</sup>, Instituto de Química-Física Rocasolano <sup>2</sup> and Instituto de Fermentaciones industriales-CIAL <sup>3</sup>, CSIC-, Madrid (Spain)

Primer premio a la mejor comunicación Oral

# CHROMATOGRAPHIC METHODS FOR THE ANALYSIS OF POLYCYCLIC AROMATIC SULFUR HETEROCYCLES

Nocun, M., Andersson, J.T., 48149 Münster, Germany Institute of Inorganic and Analytical Chemistry, University of Münster, Correnstrasse 30, 48149 Münster, Germany

Modern fuels are desulfurized in the refineries to lower the sulfur content to below 10 parts per million as demanded by legislation. A major class of sulfur compounds remaining after the process are the so-called polycyclic aromatic sulfur heterocycles (PASH). Clarifying the relationship between their structure and recalcitrance to desulfurization is an important goal.

Petroleum is the most complex mixture known and every speciation method relies on a simplification of this complexity. In our analysis we first separate the PASHs from all other groups of compounds through liquid chromatography on a phase containing Pd(II) ions. By using a silica gel with ligand-bonded Ag(I) ions we can achieve an efficient group separation of PASHs based on the number of aromatic C atoms.

After conversion of the dibenzothiophene fraction to the corresponding sulfoxides, these can be separated on a diphenyl stationary phase according to their number of methyl groups. These subfractions are analysed with gas chromatography after a simple reduction step. Due to the characteristic chemical shifts for dibenzothiophene sulfoxides, they can also be analysed by 1H-NMR e.g. to determine the percentage and position of carbon side chains for these compounds. The goal is to establish the proportion of dibenzothiophenes with substituted 4-position since these are most recalcitrant to hydrodesulfurization.

These phases may have use outside fossil fuel characterization, e.g. in environmental analysis.

#### Premios EUSSS AL MEJOR CIENTÍFICO JOVEN

EUSS ofrece un premio especial a científicos menores de 35 años que hayan hecho contribuciones importantes a la cromatografía o técnicas afines.

#### María Ibáñez Martínez

Department of Physical and Analytical Chemistry Research Institute for Pesticides and Water University Jaume I, Castellón



# Un nuevo nombre en Análisis Químico: Bruker Una trayectoria de liderazgo tecnológico ampliamente reconocida Excelente reputación en soluciones analiticas y servicio a nuestros clientes Una compañía de confianza para todo Laboratorio de Análisis Químico ICP-MS Cromatografía de Gases GC-MS Cromatografía de Gases

Las anteriores divisiones de Varian de Cromatografía de Gases, GCMS e ICPMS, siempre reconocidas por sus altas prestaciones e inmejorables resultados, son ahora un nuevo miembro de la familia Bruker. Ahora, con todo el respaldo, compromiso y poder tecnológico de Bruker, esperamos, desde hoy en adelante, que Ud. sea testigo de cómo nuestra innovación, soporte y prestaciones de sus equipos van más allá de sus expectativas. Bienvenido a Bruker- el nuevo nombre en el Laboratorio de Análisis Químico.

Para mayor información, puede visitar: www.bruker.com/chemicalanalysis O bien ponerse en contacto con nuestras oficinas en España:

Parque Empresarial Rivas Futura C/ Marie Curie, 5. Edificio Alfa 28521 Rivas Vaciamadrid (Madrid) Tel. 91/499 46 34 / 4080 bruker-cad@bruker.es

Side para investigación. No para uso en diagnóstico.

think forward

GC, GC-MS & ICP-MS



## NOTIGIAS DE LA SEGYTA

#### ASAMBLEA GENERAL DE LA SECYTA (39ª REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GCTA)

La 10<sup>a</sup> Asamblea General de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (XXXIX Reunión Científica del G.C.T.A), que contó con la asistencia de 105 socios, se celebró el 13 de septiembre de 2010 a las 18:00 h en segunda convocatoria en el Auditórium 3 del Palacio de Congresos de Valencia en el marco del 28th International Symposium on Chromathography (ISC 2010), con el siguiente Orden del día:

- 1. Lectura y aprobación del Acta de la Reunión anterior
- 2. Informe del Presidente
- 3. Informe del Secretario
- 4. Informe de la Tesorera
- 5. Ruegos y preguntas

#### Desarrollo de la Sesión y Acuerdos Adoptados

#### 1. Lectura y aprobación del Acta de la Reunión anterior.

El Acta de la Reunión anterior, disponible en la web de la SECyTA, es aprobada por unanimidad sin correcciones.

#### 2. Informe del Presidente.

- 2.1. En primer lugar, el Presidente da la bienvenida a todos los asistentes y comenta los puntos más importantes del Orden del día que se tratarán durante la Asamblea. Así mismo, pide disculpas en nombre de Begoña Jiménez, Tesorera de la Sociedad, por la imposibilidad de asistir a la Asamblea debido a la coincidencia con el congreso Dioxin 2010, donde presentará la candidatura de Madrid para la organización del Dioxin 2014.
- 2.2. 28th International Symposium on Chromato-

El Presidente expresa su más sincero agradecimiento a la Dra. Yolanda Picó, Presidenta del 28th International Symposium on Chromatography (ISC 2010), y a los miembros del Comité Científico y Organizador del Simposio, por el excelente trabajo realizado y el éxito de participación y de organización del congreso. A continuación, el Presidente da la palabra a la Dra. Picó para que informe de los aspectos de organización más relevantes. Entre los puntos más importantes, la

Dra. Picó destaca el elevado número de asistentes, cerca de 500 congresistas, la participación de conferenciantes invitados de primer nivel, como Boguslaw Buszewski (Nicolaus Copernicus University, Polonia), Alejandro Cifuentes (Institute of Industrial Fermentations, IFI-CSIC, España), Salvatore Fanali (Institute of Chemical Methodologies, CNR, Italia), Georges Guiochon y Lois Ann Beaver (University of Tennessee, USA), Vaclav Kasicka (Institute of Organic Chemistry and Biochemistry, Academy of Sciences of the Czech Republic), Ryszard Lobinski (University of Pau and Pays de l'Adour, Francia), Amadeo R. Fernández-Alda (University of Almería, España), Jean-Luc Veuthey (University of Lausanne-University of Geneva, Suiza) e Ian D. Wilson (AstraZeneca, England), y la elevada calidad de las comunicaciones presentadas. En total se han recibido más de 500 comunicaciones, de las cuales 122 fueron seleccionadas como orales y más de 400 en forma de cartel. Además, es de destacar el elevado número de casas comerciales que han colaborado (22 empresas participantes).

#### 2.2. VII Edición de los Premios José Antonio García Domínguez:

Esta edición de los Premios José Antonio García Domínguez se ha convocado coincidiendo con el ISC 2010. En esta ocasión y para dar una mayor proyección internacional a estos premios, la convocatoria se ha abierto a todos los participantes al congreso, tanto nacionales como extranjeros. En relación con el patrocinio, en esta ocasión ha sido Bruker la empresa que subvenciona estos premios en sustitución de la desaparecida Varian como consecuencia de su compra por parte de Agilent y Bruker. En este sentido, el Presidente solicita a los asistentes un aplauso para Miguel Ángel Pérez por su gestión y compromiso para mantener el patrocinio de estos premios. Al igual que en ediciones anteriores, se han solicitado resúmenes ampliados para las orales y una copia de los carteles para las comunicaciones que desean optar a este premio. El jurado encargado de fallar dichos premios se ha escogido entre los miembros del Comité Científico y está formado por: María José González (Presidenta), Coral Barbas, Mercedes de Frutos, Mª Teresa Galceran, Rosa Mª Marcé, Jordi Díaz, Alejandro Cifuentes y Fco. Javier Santos. El acto

de entrega de los premios se realizará el 16 de septiembre durante la ceremonia de clausura del congreso. De forma paralela a los premios José Antonio García Domínguez, se han convocado los premios EuSSS para jóvenes investigadores menores de 35 años y los premios Springer a los tres mejores carteles presentados en el ISC 2010. El jurado encargado de fallar estos premios ha sido el mismo que se constituyó para los premios José Antonio García Domínguez.

Por último, el Presidente comenta la baja participación que ha tenido esta edición de los premios José Antonio García Domínguez, 6 comunicaciones orales (de los cuales 2 son de grupos españoles) y 12 carteles (6 de grupos españoles) y, por tanto, hace un llamamiento para fomentar la participación en futuras ediciones de estos premios.

# 2.3. Organización de las 13as Jornadas de Análisis Instrumental (JAI 2011):

El Presidente anuncia a la Asamblea la celebración de las 13<sup>ss</sup> Jornadas de Análisis Instrumental que tendrán lugar en Barcelona del 14 al 16 de noviembre de 2011 en el marco de Expoquimia. En esta edición, es la SEQA la sociedad encargada de organizar dichas Jornadas. No obstante, la SEQA ha propuesto a la SECyTA que la organización del congreso se realice de forma conjunta. En estos momentos, ya se ha editado la primera circular con el anuncio del congreso y está pendiente la constitución de los Comités Organizador y Científico. El Presidente anima a los asistentes a hacer llegar sus propuestas relativas a la organización de las Jornadas a través de los miembros de la Junta de Gobierno de la SECyTA.

# 2.4. Celebración en el 2011 del Año Internacional de la Química:

El Presidente pone de manifiesto la necesidad de reivindicar durante el año 2011, Año Internacional de la Química, el papel fundamental de la Cromatografía y la Química Analítica en el desarrollo y avance de la Química. Para ello, propone desarrollar iniciativas que permitan dar a conocer al público en general los logros conseguidos por la Cromatografía y la Química Analítica en el control medio ambiental y alimentario, y en el campo del desarrollo de productos farmacéutico. La divulgación se puede llevar a cabo a través de los Colegios profesionales e Institutos de bachillerato, así como en Expoquimia. El Presidente anima a los asistentes a proponer iniciativas encaminadas a fomentar

dicha divulgación. Para ello, se abre un breve turno de palabra para conocer la opinión de los asistentes. Como primera iniciativa se propone por parte del Dr. José Carlos Díez-Masa la preparación de videos de divulgación de la Cromatografía que puedan estar disponibles en la web de la SECyTA y en YouTube. En este sentido, el Dr. Javier Rupérez pregunta a la mesa si para ello se podrá contar con la ayuda de profesionales. El Presidente manifiesta su disposición a estudiar la propuesta aunque es necesario que haya miembros de la SECyTA dispuestos a encargarse de este tema. El Dr. Alejandro Cifuentes propone llevar a cabo actividades similares a las que se realizan en la Semana de la Ciencia de Madrid, en la que estudiantes de institutos realizan experimentos de Química Analítica diseñados especialmente para ellos en los laboratorios de investigación. A continuación, la Dra. Mª Teresa Galcerán toma la palabra para poner de manifiesto la necesidad de potenciar actividades e iniciativas encaminadas a dar a conocer el trabajo de investigación que realizan los miembros de la Sociedad. La preparación de videos puede ser interesante, pero representa un elevado gasto de dinero y tiempo. Una propuesta sería organizar en el marco de Expoquimia una conferencia abierta al público en general sobre un tema de divulgación que sea atractivo e interesante. Por último, la Dra. Mercedes de Frutos propone la preparación de un vídeo de divulgación general sobre la Cromatografía y la Química Analítica para su emisión en televisión. Para no alargar más la discusión sobre este tema, el Presidente ruega a los asistentes que hagan llegar sus propuestas a través de los miembros de la Junta de Gobierno para poder ser estudiadas en una próxima reunión de la Junta.

#### 2.5. Boletín de la SECyTA:

El Presidente da la palabra a la Dra. Mª Luz Sanz, redactora del Boletín, para que informe sobre temas relacionados con el Boletín. La Dra. Mª Luz Sanz comenta a los miembros de la Asamblea sobre la inclusión de una nueva sección en el Boletín relativo a resolución de dudas y problemas que plantean los cromatografistas y anima a los asistentes a enviar artículos científicos para su publicación en el Boletín. Asimismo, manifiesta la necesidad de que los socios de la SECyTA actualicen las direcciones postales para evitar, en la medida de lo posible, el gran número de devoluciones del Boletín. Por último, la Dra. Sanz ruega a los asistentes que hagan llegar sus sugerencias para mejorar o ampliar las secciones del Boletín. En



este sentido, el Dr. José Carlos Díez-Masa propone incluir una sección en el Boletín con información de las direcciones webs que puedan ser de utilidad para los miembros de la SECyTA.

#### 2.6. Página web de la SECyTA:

Durante este año se han ido actualizando los contenidos de la página web, aunque hay ciertos aspectos de la información, como por ejemplo las ofertas de empleo, cuyo acceso no es rápido y sencillo. Para ello se contactará con la empresa responsable del diseño y mantenimiento de la web para mejorar en la medida de lo posible los contenidos y su accesibilidad.

#### 3.Informe de la Secretaria.

#### 3.1 Socios de la SECyTA:

Durante el período comprendido entre octubre de 2009 y septiembre de 2010 se han producido un total de 34 altas y 13 bajas. En el listado actual de Secretaría el número de socios antes de la celebración de esta Asamblea es de 552 Socios.

#### 3.2 Ayudas concedidas por la SECyTA:

Se han concedido un total de 3 ayudas para la asistencia a congresos internacionales:

- 1 ayuda para la asistencia a la 11<sup>th</sup> International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Hypenated Chromatographic Analyzers (HTC-11)(Brujas, Bélgica, 25-29 de enero de 2010),
- 1 ayuda para la asistencia al II Iberoamerican Conference on Supercritical Fluids- PROSCI-BA 2010 (Natal, Brasil, 5-9 de abril de 2010), y
- 1 ayuda para la asistencia al 34<sup>th</sup> Internacional Symposium on Capillary Chromatography and 7<sup>th</sup> GCxGC Symposium (Riva del Garda, Italia, del 30 de mayo al 4 de junio de 2010).

En el caso del International Symposium on Chromatography (ISC 2010), que coincide con la X Reunión de la SECyTA, se han concedido un total de 56 becas de inscripción y 53 ayudas de viaje, con un coste total de 19.150 euros.

#### 3.3. Congresos patrocinados por la SECyTA:

La SECyTA ha patrocinado el II Workshop on Analytical Miniaturization ("Lab-on-a-chip"), celebrado en Oviedo (Asturias) del 7 al 8 de junio de 2010. El patrocinio ha consistido en la concesión de cuatro becas de inscripción y ayuda de viaje a miembros de la SECyTA (coste total 1.200 euros).

#### 3.4. Temas diversos de Secretaria:

Se ha procedido a la justificación de la ayuda concedida por el Ministerio de Ciencia e Innovación (Acciones complementarias 2009). Asimismo, se ha procedido a la declaración del porcentaje de prorrata de la declaración del IVA correspondientes a los ejercicios 2004, 2005, 2006, 2007, 2008 y 2009.

Se ha firmado un acuerdo de colaboración SEQA-SECyTA, para la organización de actividades conjuntas entre las que se encuentran las 13as Jornadas de Análisis Instrumental.

#### 4. Informe de la Tesorera.

#### 4.1. Estado actual de las Cuentas de la Asociación:

En nombre de la Tesorera de la SECyTA, Dra. Begoña Jiménez, el Secretario presenta el balance de ingresos y gastos correspondientes al ejercicio 2010 (Enero-Septiembre 2010). Queda pendiente proceder al cobro de las cuotas de socios correspondiente al año 2010 y realizar el cierre de la IX Reunión de la SECyTA celebrada en San Sebastian en 2009. El balance de ingresos y gastos desde Enero a Septiembre de 2010 asciende a 7.219,40 euros.

#### 5. Ruegos y preguntas.

En este punto del orden del día, el Presidente recuerda a los asistentes la posibilidad de publicar los trabajos presentados en el ISC 2010 en un número especial de las revistas Journal of Chromatography A y Analytical and Bioanalytical Chemistry. El proceso de revisión de los artículos se realizará de la forma habitual y las instrucciones a seguir para el envío se encuentran disponibles en la web del congreso.

Antes de finalizar este apartado, el Secretario de la SECyTA comunica a los asistentes que, una vez finalizada la Asamblea, se procederá a entregar el cheque de ayuda de viaje a los becarios de esta Reunión Científica, previo nombramiento por orden alfabético de los mismos.

Sin más asuntos que tratar, se da por concluida la X Asamblea General de la SECyTA a las 19:00 h.

Francisco Javier Santos Vicente Secretario de la SECyTA Valencia, 13 de septiembre de 2010







#### El Sistema Milli-Q" Integral pone en su mano agua purificada y ultrapura.

- ø El concepto POD (punto de suministro) dual ahorra espacio convenientemente.
- e Reduce gastos de mantenimiento y de agua gracias a la exclusiva tecnología Elix<sup>6</sup>.
- o. Una completa gama de sistemas que cubren todas las necesidades en agua de su laboratorio.
- Un control total sobre la calidad y cantidad de agua en el punto de suministro.
- o Respaldado por el Servicio Técnico de Millipore en el que usted confia.

# ADVANCING LIFE SCIENCE TOGETHER® Research, Development, Production.

Milliaure, Milli-II, Ero ): "Adsamony Life Science Engelber" son marcas registrado) de Milliaire Caracrafión El lego "M" és una marca somercial de Milliaire Caracrafían.







## NOTIGIAS DE LA SEGYTA

#### NUEVOS SOCIOS (11-06-2010 AL 12-12-2010)

**Socio 1578** 

Rosa María Toledano Torres

C/Cuenca 6, 3º D 02002-Albacete

**Socio 1579** 

Cristina Gómez Castellà

Grup de Recerca de Recerca en Bioanàlisi i Serveis

Analítics.

IMIM-Hospital del Mar C/Doctor Aiguader 88 08003-Barcelona

Socio 1580

Álvaro Aragón Serrano

Avda. José Prat 16, Esc.6, 1º H-1

02006-Albacete

Socio 1581

María Ernestina Soto Sarria C/Real de Burgos 16, 8ª 47011-Valladolid

**Socio 1582** 

Cristian Gómez Canela

Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua

(IDAEA)-CSIC C/Jordi Girona 18-26 08034-Barcelona

**Socio 1583** 

Joana Vicente de Bobes

Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua

(IDAEA)-CSIC C/Jordi Girona 18-26 08034-Barcelona

Socio 1584

Bianca Ferreira da Silva

Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua

(IDAEA)-CSIC C/Jordi Girona 18-26 08034-Barcelona

Socio 1585

Beatriz Villacampa Sanz C/Doctor Mariano Alcaraz 3-8 28222-Majadahonda (Madrid)

**Socio 1586** 

Maider Goikoetxea Beobide Departamento de Química Aplicada Facultad de Ciencias Químicas Universidad del País Vasco (UPV/EHU)

Paseo Manuel de Lardizabal 3 20018-Donostia (Gipuzkoa)

Socio 1587 Clara Ibáñez Ruíz

Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)

C/Juan de la Cierva 3 28006-Madrid

**Socio 1588** 

Marta Llorca Casamayor

Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua

(IDAEA)-CSIC C/Jordi Girona 18-26 08034-Barcelona

Socio 1589

Alma María Hernández Bahillo C/Enrique León 29, 1D 47011-Valladolid

Socio 1590

Diego García Gómez C/El Greco 14, 6º A 37004-Salamanca

Socio 1591 Irene Maijó Ferré

Departament de Química Analítica i Química Orgànica

Universitat Rovira i Virgili

C/Marcel.lí Domingo, s/n (Edifici N4)

43007-Tarragona

Socio 1592

Josep Angel Sanchís Sandoval C/Mestre Nicolau 51-57 08911-Badalona (Barcelona)

Socio 1593

Marinel·la Farré Urgell

Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua

(IDAEA)-CSIC C/Jordi Girona 18-27 08034-Barcelona

# OBITUARIOS

# ANTE LA DESAPARICIÓN DE CONCEPCIÓN LLAGUNO MARCHENA (1925-2010).

Lola Cabezudo Ibáñez, Catedrática de Tecnología de Alimentos de la Universidad de Castilla La Mancha



Los cromatografistas mantenemos la costumbre de recordar a aquellas figuras destacadas que se han desenvuelto en nuestro campo científico o en campos próximos. Y a mí me ha cabido en muchos casos el honor de describir su labor y su personalidad, haciéndolo siempre desde la óptica de una gran amistad y una gran admiración.

Estos dos sentimientos, truncados hoy, me hacen muy difícil hablar de Concha Llaguno, pero me voy a esforzar porque es un ejemplo de buena investigadora que debe perdurar por sus cualidades científicas y los rasgos de su personalidad.

Los lectores interesados pueden consultar un comentario sobre su currículum en El País [1], o la entrevista que tuve ocasión de hacerle en esta misma publicación en 1992 con motivo de su jubilación [2] o la necrológica aparecida recientemente en el diario Lanza [3].

Me planteo, sin embargo decir algo nuevo y me referiré a su perfil de directora de equipo de investigación. Concha llegó a Profesora de investigación en 1971 pero tuvo las cualidades de lo que esto significa desde siempre. Su carácter abierto y optimista nos hacía creer a los becarios que éramos alguien y no había admiradora mayor de nuestros éxitos, pero eso sí, si nuestras dificultades superaban su paciencia era la primera en organizar la visita al mejor centro de investigación, estuviera donde estuviera, para que aprendiéramos lo que se nos resistía. Y en este recorrido, recuerdo Dijon, Bordeaux, Cognac (Francia), Pfalz (Alemania), Mendoza (Argentina), San Michele All'Adige, Piacenza, Florencia, Connegliano (Italia), Ciudad del Cabo (Sudáfrica), Moscú, Tokio (Japón), Australia y Nueva Zelanda, etc... donde aprendimos todo lo referente al análisis químico y la tecnología más nueva de los vinos blancos, tintos, y rosados, del vinagre vínico, y de los alcoholes y las bebidas alcohólicas.

Entre las muchas cualidades de Concha Llaguno, he de resaltar su clara visión de por dónde se estaban orientando en cada momento y en el mundo las nuevas líneas de investigación sobre cada uno de los temas objeto del grupo. ¡Cuantas veces, hemos visto cómo nos pedía reorientar nuestros puntos de vista! Y esto nos podía contrariar quizá,

para acabar aceptando inequívocamente que algunos de sus puntos de vista eran más certeros que los nuestros.

Ahora que la mayoría de los grupos de investigación tienden a fragmentarse y a abordar temas de menor calado para multiplicar el número de publicaciones, vale la pena meditar en este otro estilo. Muy valiosa me parece su forma de tratar a los becarios y de crear un clima en el que la formación de éstos contara con todos los equipos modernos necesarios, y el acceso a todo tipo de publicaciones, desde antes de que ella misma propiciara la informatización de las bibliotecas del CSIC.

Ha sido un orgullo haberle tratado y un motivo de admiración y afecto. Descanse en paz.

Más información en: ¹ El País 9 de Octubre 2010, ² Boletín del GCTA, Vol. 13 Pág. 23, 1992, ³ "Lanza" 19 de Octubre del 2010

#### HA MUERTO EL PROF. LUCAS HERNÁNDEZ.

Manuel V. Dabrio, Profesor de Investigación del Instituto de Química Orgánica General



Ha muerto el Prof. Lucas Hernández, Catedrático de Química Analítica de la Universidad Autónoma de Madrid. Aunque quizás a muchos de vosotros os haya llegado ya la noticia por otros medios, no queremos dejar de comunicarlo a través de nuestro boletín, como un sencillo pero sentido homenaje a Lucas.

Su especialidad era la Electroquímica, campo en el que destacó su aportación científica, creando además escuela, dentro del grupo de trabajo que lideró tantos años. Ocupó también diversos puestos de responsabilidad en organismos de planificación y control de la investigación en los que demostró su competencia y honestidad.

En cromatografía, aunque no fue su principal línea de investigación, no pueden olvidarse sus contribuciones en HPLC y en algunas aplicaciones de electroforesis capilar. En relación con estas técnicas hay que destacar su colaboración con diversos grupos y su contribución al intercambio de personal investigador. Una mención especial merece el que durante su presidencia de la SEQA, las relaciones con nuestra Sociedad fueron óptimas en los temas que se abordaron en común, entre los que se puede destacar la organización de las JAI. Descanse en paz nuestro colega y amigo.



<1 ppb

La identificación de productos químicos a níveles de trazas, como los pesticidas, es hoy en día un reto. El logro de precisas respuestas, mientras se mantiene la productividad del laboratorio, aún más. La técnica GC / MS dirige el progreso en el cumplimiento de estos retos analíticos. El nuevo TSQ Quantum XLS, con una sensibilidad en el rango de pocos femtogramos, es el triple cuadrupolo más sensible del mundo. Junto con la capacidad de cuantificar con precisión y confirmar más de 1000 compuestos en un solo análisis, nuestro sistema GC / MS también consigue que su laboratorio sea el más productivo.

# superior sensibilidad

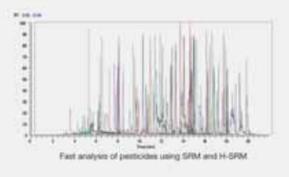
see the full breadth of bold progress at • thermo.com/quantumxls



Thermo

TSQ Quantum XLS Preciso, sensible, productivo triple quadrupolo GC-MS/MS

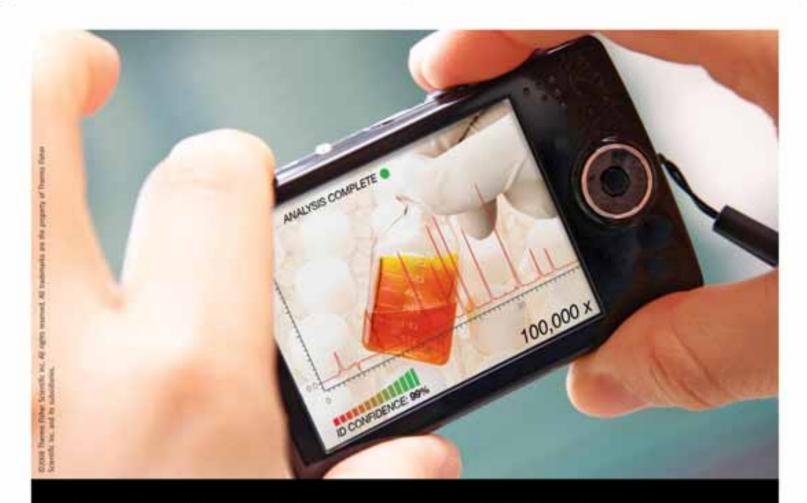
- Aumento de la sensibilidad
- Mayor resolución
- · Resultados precisos, exactos
- Cumple las normativas de China, EU, Japón y US



© 2010 Themso Fisher Scientific Inc., All rights reserved







# Nunca ha sido tan fácil y accesible, un LC-MS de alta confianza.

Ahora hay una forma superior de analizar muestras por LCMS – el sistema Thermo Scientific Exactive.

Equipado con tecnología Thermo Scientific Orbitrap, el Exactive™ es un sistema de sobremesa fácil de utilizar que combina altas prestaciones con un interfaz simple e intuitivo lo que resulta en un sistema LC-MS más pequeño, más rápido y asequible para prácticamente cualquier laboratorio.

Con alta velocidad de barrido y modo de conmutación positivo/ negativo, el Exactive ofrece masa exacta sub-ppm a resoluciones de hasta 100.000.

Totalmente compatible con U-HPLC, el Exactive es ideal para los retos más exigentes, como muestras complejas que contengan plaguicidas, metabolitos u otros compuestos. Sea cual sea su aplicación o presupuesto, escoja el Exactive y vea como se dispara la productividad.

Descubra más en www.thermo.com/ exactive



Presentamos el sistema LC-MS de sobremesa Thermo Scientific Exactive





## NOTIGIAS DE LA SEGYTA

#### **PREMIOS A SOCIOS**

#### MANUELA JUÁREZ IGLESIAS. UNA BRILLANTE CARRERA INVESTIGADORA MUY LIGADA A LAS TÉCNICAS CROMATOGRÁFICAS.

Recientemente se le ha concedido el International Dairy Federation (IDF) Award 2010 a Manoli Juárez, miembro de la SECyTA desde hace muchos años. Cromatografista reconocida internacionalmente en temas relacionados con el análisis de grasas comestibles, ha asistido a muchas de las Reuniones Científicas del GCTA y de la SECyTA, donde ha desarrollado diferentes actividades, destacando varias Conferencias plenarias.



Manuela Juárez Iglesias está muy orgullosa de ser Licenciada en Químicas por la Universidad de Salamanca y aún más de ser Doctora en Ciencias Químicas por la Universidad Complutense de Madrid. Su actividad investigadora se ha desarrollado en el Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC) donde ingresó como Colaborador Científico en el año 1968 en el Instituto de Productos Lácteos de Arganda del Rey, posteriormente en el Instituto del Frío de Madrid y en la actualidad es Profesora de Investigación en el Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL). Además, actualmente compagina sus funciones de Investigación con sus labores en la Dirección del Instituto IMDEA Alimentación.

En términos generales la actividad investigadora de Manuela Juárez se ha desarrollado en el área de Ciencia y Tecnología de los Alimentos, y en particular en el análisis y caracterización de productos lácteos. En este campo, sus aportaciones al análisis de la fracción lipídica de productos lácteos y el desarrollo de técnicas y métodos de cromatografía de gases, líquidos y capa fina ha sido muy importante para el avance del conocimiento tanto a nivel nacional como a nivel internacional. El impacto de esta línea de trabajo en el sector lácteo ha sido muy relevante ya que ha participado activamente en el desarrollo y validación de métodos cromatográficos que se han tomado como base a nivel nacional e internacional para su aceptación como Normas Oficiales de Análisis. En este tema, ha participado en numerosos proyectos de investigación como investigadora responsable, lo que ha dado lugar a una dilatada producción científica en revistas de alto índice de impacto en su especialidad, así como innumerables invitaciones en congresos. Asimismo, ha dirigido la actividad investigadora de numerosos alumnos en formación con tesis doctorales, tesinas de licenciaturas, masteres y cursos de especialización. Por otra parte, otra de sus líneas de actuación científica ha estado muy relacionada con la industria alimentaria en la Mejora de la Producción y Transformación de Productos del Sector Lácteo, con gran actividad en el Comité Nacional Lechero.

Más recientemente, su actividad se ha focalizado en un área en plena expansión tanto en el ámbito académico como empresarial, que es la del estudio de la relación entre la fracción lipídica de la leche y sus posibles beneficios en la salud. Particularmente, su interés se ha centrado en los ácidos grasos poliinsaturados y en concreto en el ácido linoleico conjugado (CLA), cuya fuente principal se encuentra en la grasa láctea de la dieta. Su aportación fundamental en esta

línea ha sido la mejora nutricional del perfil lipídico de la leche y sus estudios cromatográficos en el análisis de los diferentes isómeros de CLA, lo que le han supuesto su reconocimiento nacional e internacional y la obtención de numerosos y prestigiosos premios científicos: el Premio de Investigación en Tecnología de Alimentos de la Fundación CEOE, 1996; Medalla de Honor a la Invención de la Fundación García Cabrerizo 2006; Placa de la Federación de Industrias Lácteas por la labor de divulgación del Valor Nutritivo de la Leche y los Productos Lácteos 2009; Premio Internacional Hipócrates de Investigación Médica sobre Nutrición Humana 2009 y el recientemente obtenido "The International Dairy Federation (IDF) Award 2010" recibido en Nueva Zelanda.

Además de su actividad investigadora, su espíritu incansable le ha llevado a ocupar numerosos y relevantes puestos en la gestión del CSIC, entre los que se cuentan la Subdirección General de Programación, Seguimiento y Documentación (1997-2001) y la Vicepresidencia de Investigación Científica y Técnica (2003-2004), así como en el Ministerio de Educación

y Ciencia con su intervención en el Programa de Ciencia y Tecnología de Alimentos del Plan Nacional como gestora y colaboradora entre los años 1990-1998. Durante estos años ejerció una notable influencia en las Comisiones de Programas Europeos a las que asistía como miembro representante de la Secretaría General del Plan Nacional. Asimismo, durante los años 2000-2002 ejerció la responsabilidad nacional en la evaluación de proyectos como Coordinadora del Área de Tecnología de Alimentos de la ANEP.

Todas estas actividades reflejan su capacidad y excelencia para dirigir y coordinar la investigación del más alto nivel. Actualmente, Manuela mantiene su frenético ritmo de trabajo, continúa al 100% en sus numerosas actividades y responsabilidades, y esperemos que así siga por muchos años. ¡Muchas felicidades Manoli!

#### Javier Fontecha

Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL, CSIC-UAM)







Alphagaz CO<sub>2</sub> SFC, la oferta de Air Liquide para cromatografía de fluidos supercríticos.

Air Liquide le ofrece a la industria farmacéutica la solución para sus necesidades de CO2 líquido.

Una oferta que incluye el gas, la instalación y los servicios asociados. De este modo se garantizan la seguridad, fiabilidad y calidad en el suministro del gas de forma continua y estable a través de canalizaciones de distribución certificadas.

Alphagaz CO2 SFC cumple con la farmacopea europea y se adapta a todos los equipos de SFC.

Confíe sus necesidades de CO2 líquido a Air Liquide ya que cuenta con una amplia experiencia y tecnología patentada fiable y simple.

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.



El producto, la instalación y los servicios que su laboratorio necesita

AL Air Liquide España, S.A. Paseo de la Castellana, 35 / 28046 Madrid / Tel.: 91 502 93 00 / www.airliquide.es







# **CURIOSIDADES ANALÍTICAS**

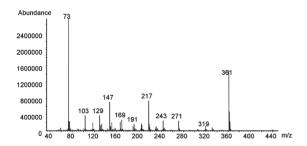
#### Queridos socios,

En este número del Boletín inauguramos una nueva sección titulada "Curiosidades Analíticas" en la que se incluyen algunos aspectos o problemas que miembros de la Sociedad se han encontrado en su trabajo del día a día. Os animamos a que participéis en la misma. Como veis en el caso que se publica en este número no es necesario que sea extenso. El objetivo principal es que todos veamos los problemas que pueden surgir con las técnicas cromatográficas y afines, y que esta sección sirva de ayuda ante situaciones similares.

El Comité Editorial

#### UN PROBLEMA EN LOS ESPECTROS DE MASAS DE CARBOHIDRATOS SILILADOS

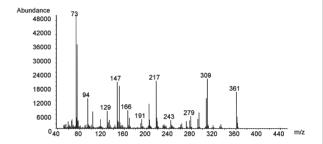
Un problema que al tiempo es una curiosidad ha ocurrido recientemente en nuestro laboratorio al inyectar, en un equipo GC-MS con analizador de cuadrupolo, mezclas de carbohidratos derivatizados como trimetilsilil oximas. Se trata de un procedimiento que empleamos muy frecuentemente con este tipo de compuestos, y el tipo de fragmentación que aparece en su espectro de masas es bien conocido. Un ejemplo típico es el espectro del fenil-β-D-glucósido.



Durante una serie de inyecciones de muestras similares, en los espectros de los carbohidratos derivatizados comenzaron a aparecer iones adicionales que se superponían a su fragmentación habitual. La comparación de los máximos de los iones habituales y de los adicionales indicaba un retardo de solo 1 segundo para estos últimos, lo que al producirse en todos los picos descartaba su procedencia de una derivatización parcial.

El hecho de aparecer siempre asociados a los picos de los carbohidratos de la muestra indicaba que tampoco eran debidos a una contaminación.

El espectro obtenido para el compuesto anterior pasaba a ser:



Entre los nuevos iones los más intensos, ordenados por intensidad decreciente, aparecían a valores m/z 309, 307, 294, 292, 279, 277.

Estos iones parecían deberse a la presencia del trimetilsilil derivado del óxido de renio en la cámara de ionización justo en el momento de la elución de cada carbohidrato derivatizado. Dicho óxido presenta un espectro de masas muy similar.

El renio podría proceder del filamento de la cámara de ionización. Al ser éste atravesado por la corriente eléctrica produce electrones que dan lugar a la ionización de la muestra, pero para ello alcanza una temperatura muy elevada. Pequeñas cantidades del material del filamento se evaporarían a esta temperatura en el vacío y se depositarían en puntos próximos de la cámara. Al llegar un compuesto trimetilsililado procedente de la columna, podría dar lugar, en su contacto momentáneo con el óxido de renio depositado en la cámara, a un intercambio del grupo TMS, produciendo el trimetilsilil derivado del óxido de renio causante de los picos adicionales.

No se pueden descartar otras posibles explicaciones, como el que la reacción ocurra en el propio filamento, pero el hecho de que la limpieza de la cámara elimine el problema refuerza esta interpretación.

Para más información contactar con:

Jesús Sanz Perucha

Instituto de Química Orgánica General (CSIC)

Email: iqojs02@iqog.csic.es





#### **CONGRESOS CELEBRADOS**

# 7th GC×GC Symposium y 34th International Symposium on Capillary Chromatography

30 de mayo - 4 de junio de 2010, Riva del Garda, Italia.

El maravilloso enclave de Riva del Garda fue de nuevo testigo de uno de los acontecimientos científicos más destacados en el ámbito de la cromatografía capilar, la séptima edición del "GC×GC Symposium" y la trigésimo cuarta edición del "International Symposium on Capillary Chromatography" (ISCC), que tuvieron lugar durante la semana del 30 de mayo al 4 de junio de 2010. El lugar elegido para albergar estos congresos, que binualmente se celebran en Riva del Garda, fue el Centro de Ferias y Congresos.

Los comités científicos, organizador y honorario de ambos congresos estuvieron representados por reconocidos investigadores, principalmente estadounidenses pero también italianos, alemanes, holandeses, japoneses, chinos, ingleses y australianos. La organización local estuvo dirigida por el Dr. Bedini, Dr. Cavagnino, Dr. Magni y la Sra. Zara de la empresa Thermo Fisher Scientific. El Prof. Dr. P. Sandra de la International Organization for the Promotion of Microcolumn Separation (I.O.P.M.S, Kortrijk) presidió ambos congresos.

El 30 de mayo tuvieron lugar distintos cursos sobre los principales aspectos de la cromatografía de gases bidimesional (introducción e instrumentación, acoplamientos, optimizaciones, principios y aplicaciones) impartidos por: Dr. J. Dimandja (Spelman College, Atlanta, GA, USA), Dr. H.G. Janssen (Unilever Research Laboratory, Vlaardingen, The Netherlands), Dr. J. Beens (Free University, Amsterdam, The Netherlands) y Dr. P. Marriot (RMIT University, Melbourne, Australia), todos ellos expertos de reconocido prestigio a nivel mundial en la materia.

Estos investigadores se encargaron también de la inauguraron del séptimo congreso de GC×GC con una conferencia de apertura el día 31 de mayo. En este congreso, se presentaron un total de 30 comunicaciones orales, divididas en los siguientes bloques: tecnología, metabolómica, aplicaciones petroquímicas, farmacéuticas y medioambientales; 6 de ellas fueron comunicaciones plenarias. Los temas fueron muy

variados y trataron, entre otros, de la optimización de capacidad de pico en GC×GC, de nuevos tipos de moduladores (single stage, stop-flow pneumatic, chipbased pneumatic modulator), aplicación de "single photon ionization" como modo de detección, aplicaciones al análisis de productos petroquímicos, contaminantes en alimentos, drogas de abuso, etc, y novedosos procedimientos para el análisis de cromatogramas en GC×GC. Se presentaron también 73 comunicaciones en formato de póster.

De manera paralela al Symposium de GC×GC, el martes 1 de junio se inauguró el "34<sup>th</sup> International Symposium on Capillary Chromatography" que se prolongó durante los tres días siguientes. El congreso se inauguró con la entrega del "Premio Marcel Golay", seguido por dos conferencias plenarias sobre avances en cromatografía capilar.

En estos días las comunicaciones orales se dividieron en distintos bloques: separaciones en microcolumna, bioanálisis, cromatografía de gases capilar (parte 1 y 2 – detección y tratamiento de datos), columnas monolíticas, técnicas completas, técnicas electroforéticas, microfluidos, aplicaciones novedosas en GC, preparación de muestra, desarrollos recientes en MS, fundamentos/fases estacionarias y cromatografía iónica. En total se presentaron 77 comunicaciones orales, de las cuales 59 fueron conferencias plenarias. Asimismo, se expusieron un total de 319 comunicaciones en formato póster incluidas en diferentes sesiones: 8 de fundamentos, 24 de tecnología de columnas, 38 de preparación de muestra, 3 de sistemas de muestreo, 20 de cromatografía de gases capilar, 10 de cromatografía de (micro) líquidos, 2 de cromatografía de fluidos supercríticos y extracción, 14 de métodos de electromigración, 9 de instrumentación y automatización, 16 de técnicas acopladas y multidimensionales, 15 de análisis de trazas, 39 de aplicaciones medioambientales, 13 de aplicaciones de energía, petroquímica e industrial, 28 de aplicaciones biomédicas y farmacéuticas, 52 de análisis de productos naturales, alimentos, sabores y fragancias y 5 de microchips.

Dentro del programa científico hubo muchas conferencias muy interesantes y novedosas, como las tituladas "HPLC on a compact disc" de P. Myers,



"Matching the dimensions in comprehensive two dimensional GC: multiple columns in the second dimensión" de H.G. Janssen o "The discriminant pixel approach: a novel strategy for comparison and interpretation of GC×GC chromatograms" de I. Rivals, entre otras. España estuvo representada por A. Cifuentes del Instituto de Fermentaciones Industriales del CSIC con su interesante conferencia "New omics applications of capillary electromigration methods" sobre las aplicaciones de CE en el novedoso campo de investigación denominado Foodomics.

Las distintas casas comerciales (Shimadzu Europe, Agilent Technologies, Sigma-Aldrich / Supelco, Waters, Gerstel, Restek Corporation, Dani Instruments, Thermo Scientific, Brechcuehler, Leco Instrumente y Perkin Elmer) ofrecieron diversos seminarios durante los días centrales del congreso, en los que se presentaron las últimas y más novedosas evoluciones y aplicaciones de la cromatografía de gases y líquidos en diferentes campos. Las mismas empresas (acompañadas por otras, como: Atas GL, Claind, Dionex, Hamilton, HTA, Macherey-Nagel, Peak Scientific Instruments, Nlisis, LNI Schmidlin SA, Phenomenex, Zoex Europe) organizaron también una exposición comercial demostrando las últimas novedades en instrumentación analítica.

Las dos congresos: "7th GC×GC Symposium" y " $34^{\text{th}}$  ISCC" fueron clausurados el viernes 4 de junio con una ceremonia en la que se entregaron los premios "Leslie S. Ettre Award", dirigido a investigadores menores de 35 años y que hubieran presentado una comunicación en el congreso relacionada con la cromatografía de gases capilar con aplicaciones medioambientales y alimentarias, y "The Pfizer Analytical Research Centre (PARC) Award" para investigadores con el mismo perfil pero cuyas presentaciones se hubiesen basado en temas innovadores relacionados con el ámbito farmacéutico y biomédico. Previamente, el jueves 3 de junio se entregó también el premio "best-ever-GC×GCresult" a la mejor separación gráfica obtenida con esta técnica.

Finalmente, debo agradecer los esfuerzos y la labor desempeñada por el Comité Organizador que dieron lugar a uno de los mejores congresos cromatográficos actuales. Los científicos participantes reconocidos mundialmente, los seminarios y exposiciones, el programa social y, sobre todo, el magnífico ambiente dieron lugar a un cocktail perfecto de ciencia y diversión para todos los asistentes.

#### Michał Brokl

Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental IQOG-CSIC, Madrid.

# II Iberoamerican Conference on Supercritical Fluids (Prosciba 2010)

Natal Brazil, 5th to 9th April 2010.

PROSCIBA 2010 fue organizada conjuntamente por Brasil, Argentina, Portugal y España en Natal, entre los días 5-9 de abril de 2010. El lugar elegido para la celebración fue Pestana Beach Resort de Natal, un fantástico hotel rodeado de playas y parques naturales.

PROSCIBA es una plataforma que organiza conferencias con el objetivo de promover el intercambio de información entre científicos y profesionales que trabajan en el campo de la tecnología de fluidos supercríticos, para expandir y consolidar esta disciplina en Iberoamérica. El II PROSCIBA fue financiado por instituciones y organizaciones de Brasil, incluida FAPERN, CNPq, CAPES y ANP.

La lista de participantes incluía a gente venida de Portugal, Alemania, Brasil, Suecia, EEUU, España, Venezuela, Colombia, Argentina, México, Eslovenia, Nueva Zelanda, Cuba, Canadá, India y Japón. Las conferencias fueron inauguradas el lunes 6 de abril. Durante los 4 días que duró el congreso PROSCIBA tuvieron lugar un total de 16 conferencias invitadas, 29 comunicaciones orales y 282 comunicaciones tipo póster, que expusieron las nuevas tendencias en la tecnología de fluidos supercríticos. Las comunicaciones presentadas en este congreso se incluían dentro de las siguientes áreas científicas:

#### • Fundamentos:

Termodinámica y Equilibrios de altas presiones. Propiedades de transporte y otras propiedades físico/químicas.

Fenómenos superficiales.





#### • Tratamientos:

Extracción y Fraccionamiento.

Escalado y economía.

Alimentos e ingredientes de alimentos funcionales.

Cosméticos y farmacéuticos.

- Reacciones y nuevos tratamientos: Reacciones químicas y bioquímica. Biotecnología.
- · Materiales.
- · Biofuel y medio ambiente.

Entre los trabajos presentados se encuentran algunos estudios que, a mi parecer, destacaron por su interés y novedad. Como por ejemplo, la obtención de micro- y nano- partículas de medicamentos por CO<sub>2</sub>. Estas nanomedicinas poseen ventajas terapéuticas, que unida al empleo de CO2, forman una opción atractiva ya que permite la formación de partículas del mismo tamaño sin que aparezca disolvente residual en el medicamento (Dr. Jaume Veciana). El Dr. Herminio C. de Sousa presentó los beneficios que posee en la industria farmacéutica el uso de los fluidos supercríticos para la impregnación de diversos materiales, como se realiza actualmente con la fijación de medicamentos en lentes de contacto, lo que permite la creación de una nueva vía de transporte de los medicamentos. El Dr. Steven M. Howdle utilizó el CO2 supercrítico para la síntesis de nuevos polímeros y materiales que pueden ser de gran utilidad en aplicaciones médicas y farmacéuticas. Otro trabajo de gran interés estuvo centrado en el empleo de la extracción con fluidos supercríticos para la obtención de compuestos bioactivos a partir de productos naturales, donde la utilización de CO2 supercrítico permite la utilización de temperaturas no muy altas y la ausencia de disolventes orgánicos que puedan ser perjudiciales. Un ejemplo de ello fue la presentación de un trabajo en el que se demostró como los extractos de romero, jengibre y zumo de tomate actúan como agentes antiapoptóticos en cultivos celulares (Dr. Paulo Rosa). El Dr. David J. Tognarelli realizó una presentación que tenía como objetivo presentar los resultados obtenidos de los análisis de biofueles llevados a cabo usando cromatografía de fluidos supercríticos acoplada a espectrometría de masas, resaltado las ventajas de este tipo de cromatografía, como la ausencia de disolventes orgánicos en la fase móvil, reduciéndose así los costes y los residuos de producción y proporcionado una técnica analítica GRAS.

Después de la exposición de las conclusiones finales del congreso el viernes 9 de abril, se procedió a la entrega de premios a los tres pósters más destacados entre todos los trabajos presentados. Tras la ceremonia de clausura tuvo lugar la impartición de dos cursos cortos:

A. "Fundamentals of Reactive Systems", Susana B. Bottini, Universidad Nacional del Sur, Argentina.

B. "Supercritical Carbon Dioxide in Biomaterials: Synthesis and Processes", Ana Aguiar-Ricardo, Teresa Casimiro and Vasco Bonifácio, Universidad de Nova de Lisboa, Portugal

Debo por último agradecer la labor desempeñada por el Comité Organizador, cuyos esfuerzos han hecho posible que la conferencia haya sido un éxito en todos los aspectos, invitando conferenciantes de alta calidad científica y proporcionando el mejor ambiente posible para el intercambio de información e ideas, lo cual podrá dar lugar a futuras colaboraciones entre grupos de investigación de distintas partes del mundo. Y para finalizar, quiero hacer constar mi agradecimiento a la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) por la beca de asistencia a congresos internacionales que me fue concedida y que me permitió asistir a PROSCIBA 2010.

### II International Workshop on Analytical Miniaturization ("lab-on-a-chip") Oviedo, Asturias, 7-8 de junio, 2010

El objetivo de esta "workshop" fue discutir sobre los últimos avances de la miniaturización en la Química Analítica centrándose, principal aunque no exclusivamente, en dispositivos "lab-on-a-chip". El concepto de "lab-on-a-chip" se refiere al intento de integrar y llevar a cabo un elevado número de tareas propias de un laboratorio en un único dispositivo. Desde un punto de vista de la Química Analítica, consiste en desarrollar microsistemas de análisis total ( $\mu$ -TAS) mediante la disminución del tamaño del instrumento e integración de las múltiples etapas analíticas (inyección, reacción, separación, detección) en un único dispositivo, dando lugar a un sistema de prestaciones similares a un sensor con tiempo de respuesta rápido, bajo consumo de muestra, funcionamiento in



*situ*, y alta estabilidad, pero capaz de llevar a cabo análisis multiparamétricos.

La "I Workshop on analytical miniaturization (lab-on-a-chip)" fue organizada en Alcalá de Henares en el año 2008 por el grupo del doctor Alberto Escarpa y la idea inicial de los fundadores fue la de poner en contacto todos los grupos de investigación españoles que estaban trabajando en la miniaturización de la Química Analítica y/o sistemas "lab-on-a-chip". En nuestra opinión, esta "workshop" permitió que la emergente comunidad española en el campo de la miniaturización se reuniera y estrechara lazos para, de ese modo, impulsar dicho campo de investigación en nuestro país.

La segunda edición se celebró el 7 y 8 de junio de 2010 en la ciudad de Oviedo y la organización corrió a cargo del grupo del doctor Agustín Costa, siendo destacado el esfuerzo de la doctora María Teresa Fernández Abedul. En esta ocasión, los organizadores se plantearon como reto la expansión del evento más allá de nuestras fronteras. El aumento en número de la presencia científica foránea llevó asociado una gran calidad, contando con la presencia de científicos del nivel de Susan M. Lunte (University of Kansas, EEUU), Peter C. Hauser (University of Basel, Suiza), Dirk Janasek (Leibniz-Institut für Analytische Wissenschaften, ISAS, Alemania) y, de nuevo, disfrutando de la compañía de Elisabeth Verpoorte (University of Groningen, Países Bajos). Además, se contó con la participación en forma de comunicación "flash" de miembros de las Universidades de Helsinki, Eslovaquia y Dublín y del Institut for Mikrotechnik Mainz (Alemania). Respecto a los grupos españoles, se contó con la presencia de investigadores del Institut Català de Nanotecnología (ICN, CSIC), el Instituto de Microelectrónica de Barcelona (IMB-CNM, CSIC), el Instituto de Química Orgánica General de Madrid (IQOG, CSIC), y de las Universidades, Autònoma de Barcelona, Autónoma de Madrid, de Alcalá, de Alicante, de Barcelona, de Burgos, de Castilla la Mancha, de Córdoba, de les Illes Balears, y de

Entre las aplicaciones más destacables que se presentaron en este congreso, podemos citar sistemas lab-on-a-chip para la monitorización *in vivo* de neurotransmisores en cerebro de ovejas o para llevar a cabo ensayos *in vitro* con células y tejidos para el estudio del efecto de nuevos fármacos, microsistemas en combinación con partículas magnéticas e inmunoensayo para la determinación de pesticidas o sistemas miniaturizados de electroforesis capilar para la separación de proteínas.

Por otro lado, se mostraron innovaciones y mejoras instrumentales tales como el empleo de cerámicas de baja temperatura de sinterizado (LTCC) para la fabricación de sistemas "lab-on-a-chip", la implementación de la detección conductimétrica sin contacto acoplada capacitivamente (C4D) en sistemas miniaturizados y el desarrollo de un sistema miniaturizado de electroforesis de flujo libre para separaciones a escala preparativa. Además, el uso de nanomateriales también estuvo presente tanto para el desarrollo de sistemas de preconcentración miniaturizados como para su implementación como detectores electroquímicos en microchips de electroforesis capilar.

La realización de esta "workshop" ha contado con el respaldo del MICINN, el Principado de Asturias, el Ayuntamiento, el Palacio de Congresos y la Universidad de Oviedo, Cajastur, la fundación Genoma España, las sociedades SECyTA, SEQA y SEA, y las empresas Agilent Technologies, Micrux Technologies, Dropsens y Lifesciencelab, sin la ayuda de los cuales no hubiese sido posible su realización.

Por último, hay que destacar la perfecta organización del congreso no sólo en el ámbito científico, en el que la buena calidad y variedad ha quedado patente, sino también en el aspecto humano, donde la atención por parte de los organizadores (grupo de Inmuno-electroanálisis, Universidad de Oviedo) ha sido cuidada al detalle.

Finalmente, en el acto de clausura se anunció que la tercera edición de la "International Workshop on Analytical Miniaturization" se realizará en la ciudad de Barcelona organizada por el grupo del doctor Arben Merkoçi, en el año 2012, continuándose el carácter bienal de esta reunión.

Agustín G. Crevillén, Mª Mar Barrios Romero, Ángel de la Puerta y Raúl Garrido-Medina





#### CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. SCM-5: 5<sup>th</sup> International Symposium on the Separation and Characterization of Natural and Synthetic Macromolecules.

25-27 enero de 2011. Amsterdam (Holanda).

Contacto: Ordibo byba

Edenlaan 26

B-2610 Wilrijk (Belgium)

Tel.: +32 (0)58 523116 / +32 (0)3 8288961 Fax: +32 (0)58 514575 / +32 (0)3 8288961

scm@ordibo.be - www.scm-5.nl

#### 2. Pittcon Conference 2011

13-18 marzo de 2011, Atlanta (Georgia, EE.UU). http://www.pittcon.org/index.php

# 3. ICAS 2011: IUPAC International Congress on Analytical Sciences.

22-26 mayo de 2011. Kyoto (Japón).

Contacto: Secretary General: Koji Otsuka Graduate School of Engineering, Kyoto University Katsura, Nishikyo-ku, Kyoto 615-8510, Japan

Fax: +81 75 383 2450

ICAS2011\_secretary@anchem.mc.kyoto-u.ac.jp http://www.icas2011.com/

# 4. HPLC 2011: 36th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Tecniques.

19-23 junio de 2011. Budapest (Hungría).

Contacto: Chairman: Attila Felinger University of Pécs, Pécs (Hungría)

Secretaría: Diamon Congress Ltd.

H-1255 Budapest, POB 48

Tel.: +36 1 2250210 Fax: +36 1 2012680

diamond@diamond-congress.hu http://www.hplc2011.com/

#### III Reunión Nacional de Dioxinas, Furanos y Compuestos Orgánicos Persistentes Relacionados.

30 junio y 1 julio de 2011, Santander (España)

Contacto: Fundación Leonardo Torres Quevedo

E.T.S. Ingenieros de Caminos

Avda. de los Castros s/n

39005 - Santander

Tel.: 942 20 09 11 - Fax: 942 27 58 62 fltqcongresos@gestion.unican.es www.dioxinas.unican.es

## 2<sup>nd</sup> International Congress on Analytical Proteomics.

18-21 julio de 2011. Orense (España).

Contacto: Chairman: Dr. José Luis Capelo Martínez Science Faculty

University of Vigo at Ourense Campus / As Lagoas

Ourense 32004

 $Tel.: +34610835903\ proteomass@proteomass.org$ 

http://www.bioscopegroup.org/

# 7. DIOXIN 2011: 31<sup>st</sup> International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants.

21-25 agosto de 2011. Bruselas (Bélgica)

Contacto: Chairman: Jean-François Focant

Universidad de Lieja

Secretaría: Dioxin 2011 Secretariat

c/o MCI Benelux S.A. Avenue de Tervueren, 300 1150 Brussels, Belgium

Tel: +32 (0)2 743 1540 - Fax: +32 (0)2 743 1550

dioxin2011@mci-group.com http://www.dioxin2011.org/

# 8. EUROanalysis 16: European Conference on Analytical Chemistry.

11-15 septiembre de 2011. Belgrado (Serbia). Contacto: Co-chairs: Slavica Ražić & Ivanka

Popović

Secretaría: CONGREXPO d.o.o.

Tel: +381-11-2686024 Fax: +381-11-2686024 nebojsa@congrexpo.co.rs www.congrexpo.co.rs

http://www.euroanalysis2011.rs/

#### 9. RAFA 2011: Recent Advances in Food Analysis

1-4 noviembre 2011. Praga (Chequia).

Chair y Co-chair: Profs. Jana Haslova y Michel

Nielen

RAFA2011@vscht.cz

http://www.rafa2011.eu/index.html

#### 10. JAI 2011: 13<sup>as</sup> Jornadas de Análisis Instrumental

14-16 noviembre de 2011. Barcelona (España).

Contacto:

Secretaría del Congreso: 13<sup>as</sup> JAI

Gran Vía 488, Entlo. 5ª - 08015 Barcelona, España

Fax 93 451 77 82 expoquimia@firabcn.es www.expoquimia.com



# INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

#### ARTÍCULOS DE INTERÉS

"Prediction of metabolite identity from accurate mass, migration time prediction and isotopic pattern information in CE-TOF MS data" por Masahiro Sugimoto, Akiyoshi Hirayama, Martin Robert, Shinobu Abe, Tomoyoshi Soga, Masaru Tomita. Electrophoresis 2010, 31, 2311-2318.

Los metabolitos son moléculas de bajo peso molecular (generalmente menor de 1500 Da) que se producen a partir de procesos químicos o enzimáticos, como resultado del metabolismo celular. Esta definición engloba compuestos con características físico-químicas muy diversas, como por ejemplo pequeños iones inorgánicos, aminoácidos y lípidos. La dificultad del estudio e identificación de metabolitos radica principalmente en su naturaleza heterogénea (desde compuestos muy polares a apolares) y sus concentraciones muy dispares en los distintos fluidos biológicos y compartimentos celulares.

En este trabajo se propone el empleo de la electroforesis capilar (CE) como técnica analítica de separación acoplada a espectrometría de masas con un analizador de tiempo de vuelo (TOF MS) como sistema de detección, para el análisis del perfil metabólico de muestras de orina procedentes de individuos sanos.

El empleo de la espectrometría de masas como sistema de detección en CE es cada vez más generalizado. Concretamente, los analizadores de masas del tipo TOF, son especialmente adecuados en el acoplamiento CE-MS debido fundamentalmente a su gran velocidad en la adquisición de los espectros de masas y su elevada exactitud en las medidas de las masas. Se trata por tanto de una técnica muy adecuada para el análisis de perfiles metabólicos en muestras biológicas.

En este artículo se pone de manifiesto la dificultad existente en la identificación de metabolitos a pesar de la exactitud en los valores de relación masa-carga (m/z) y la distribución isotópica que proporciona la detección mediante TOF MS. A partir de la información procedente del análisis CE-MS, es posible obtener una lista de candidatos o compuestos identificados de forma tentativa.

El objetivo principal de este trabajo es facilitar la identificación de metabolitos tras un análisis mediante

CE-TOF MS, combinando los datos de masa exacta y patrón isotópico obtenidos a partir de los espectros de masas con un modelo matemático de predicción de tiempo de migración.

El desarrollo de dicho modelo matemático se basa en la aplicación de la regresión de vectores de soporte (SVR, *Support Vector Regression*) a la predicción de los tiempos de migración de los picos procedentes de CE-TOF MS.

En primer lugar, se analizaron las muestras de orina en las que se incluyeron dos estándares internos. Cada espectro de masas se calibró con las masas de referencia de las sustancias añadidas en el líquido adicional. La calibración de cada espectro es de suma importancia ya que repercute en los valores resultantes de m/z y por tanto en la identificación posterior de los metabolitos.

Tras el análisis de las muestras de orina, se seleccionaron los valores de m/z para la identificación de los metabolitos. Esta identificación se llevó a cabo mediante el uso de bases de datos públicas (*HMDB* y *ARM project*) y mediante la comparación con librerías de péptidos y estándares.

En segundo lugar, se normalizaron los errores en el tiempo de migración de los datos procedentes de inyecciones consecutivas. Para ello, se calculó la movilidad electroforética. Este cálculo se puede realizar de forma muy precisa mediante la ecuación de Stokes, aunque cuando se trata de CE-MS surgen dos limitaciones:

- El fenómeno de co-migración de las moléculas neutras con el flujo electroosmótico disminuye la precisión del cálculo de tiempo de migración en esta zona.
- La fluctuación de las condiciones eléctricas durante el análisis puede causar variaciones en las sustancias cargadas en el interior del capilar durante la separación.

Para evitar dichas limitaciones, los autores normalizaron los tiempos de migración mediante el uso de los dos estándares internos añadidos a la muestra, con el fin de calcular las distintas movilidades electroforéticas de manera más precisa.



# INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

En tercer lugar se desarrolló el modelo matemático. Para estimar el tiempo de migración de los compuestos encontrados en la muestra, se necesitó conocer inicialmente algunas características moleculares. Por ello, se utilizó el programa "Molecular Operating Environment 2008" que aportó más de 100 parámetros físico-químicos sobre los compuestos. Por otro lado, se aplicó la ecuación de Henderson-Hasselbach para calcular el pKa de los metabolitos no peptídicos y por tanto la carga neta al pH de separación. En el caso de los metabolitos peptídicos, este cálculo se simplificó y se asumió la carga neta total como la suma de las cargas individuales de sus aminoácidos.

La predicción de los tiempos de migración se llevó a cabo mediante el modelo matemático SVR que clasifica los datos en espacios multidimensionales minimizando los problemas de regresión de las variables continuas. Se optimizaron los parámetros aplicando la validación cruzada diez veces (ten-fold cross validation). Para evaluar la precisión en la predicción entre el tiempo de retención observado y esperado, se determinaron los coeficientes de correlación de Pearson.

La carga neta destacó como el factor más importante en cuanto a las características físico-químicas moleculares implicadas en el modelo predictivo SVR. La precisión en la medida del pKa fue imprescindible sobre todo en aquellos metabolitos con valores de pKa próximos a 1.8 (pH de separación) ya que en estos casos, la carga neta es más sensible a cambios. Por otro lado, se observó que la precisión en la predicción del tiempo de migración depende en gran medida del éxito en el procedimiento de normalización de los tiempos de migración con los estándares.

Finalmente, se comparó esta metodología con otro modelo matemático (*Offord's model*). El método que se presenta en este trabajo queda limitado por una mayor dificultad de interpretación de los datos con respecto al modelo de Offord aunque presenta la ventaja de poder distinguir el comportamiento de la migración de péptidos con un orden diferente en sus aminoácidos.

Con respecto al análisis de las muestras de orina, al comparar los resultados obtenidos a partir de los valores de m/z y patrones isotópicos y los resultados obtenidos tras la aplicación del modelo matemático desarrollado, se pudo observar que sólo el 66% de los metabolitos asignados eran similares siguiendo ambos métodos.

Utilizando los datos de muestras de orina concentradas cinco veces se estudió la fiabilidad de la identificación tentativa a partir de los datos de m/z y patrón isotópico, contrastando los metabolitos con una librería de estándares. Se observó que la asignación de la fórmula molecular, fue correcta únicamente para compuestos de bajo peso molecular. Con estos resultados, se concluyó que no se tenían datos suficientes para la caracterización de ciertas moléculas aplicando esta aproximación.

Al incluir la predicción del tiempo de migración mediante el modelo matemático desarrollado, la identificación de metabolitos se elevó del 38.9 al 52.2% de los picos.

Analizando los resultados de la aplicación del modelo matemático en el análisis mediante CE-TOF MS, se concluyó que la identificación satisfactoria se limitaba a los metabolitos que se encontraban en el intervalo 50-500 m/z. Se encontraron 80 metabolitos no peptídicos y 2858 peptídicos. Para metabolitos con un valor superior a 500 m/z se observó la necesidad de una mayor precisión, ya que en estos casos, existen más combinaciones atómicas posibles para la construcción de su fórmula molecular. Ocurre lo mismo con los péptidos de mayor peso molecular debido a que la estructura secundaria es variable y por ello es posible que sufran cambios en su movilidad electroforética.

Los autores ponen de manifiesto la utilidad del uso del tiempo de migración para facilitar la identificación o reducir significativamente el número de candidatos posibles para un valor de m/z y un patrón isotópico dados. Esta aproximación consigue una mayor fiabilidad en la identificación metabólica además de no requerir el análisis mediante MS/MS o NMR, que suponen mayor tiempo y coste económico.

Por todo ello, este artículo realza considerablemente el valor de la técnica CE-TOF MS para su aplicación en Metabolómica y pone de manifiesto la necesidad de futuros avances en las estrategias y herramientas para la identificación de las moléculas presentes en las muestras biológicas debido a su importancia como posibles biomarcadores.

Clara Ibánez

Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL, CSIC-UAM)



# MPRESAS colaboradoras

# **PROTECTORAS**

- AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L. Ctra. A-6, km 18,200 28230 LAS ROZAS (Madrid)
- BRUKER BIOSCIENCES ESPAÑOLA, S.A. Avda. Marie Curie, 5, Edificio Alfa - Pta. Baja Parque Empresarial Rivas Futura 28529 RIVAS-VACIAMADRID (Madrid)
- PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L. Avda, de los Encuartes, 19 28760 TRES CANTOS (Madrid)
- SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A. Ronda de Poniente, 3; 2ª Planta 28760 TRES CANTOS (Madrid)

- TEKNOKROMA Camí de Can Calders, 14 08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)
- THERMO FISHER SCIENTIFIC Valportillo I, 22; 1ª Planta Edificio Caoba 28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A. Ronda Can Fatjo, 7-A Parc Tecnologic del Vallés 08290 CERDANYOLA DEL VALLES (Barcelona)

# **ASOCIADAS**

- AL AIR LIQUIDE ESPAÑA, S.A. Paseo de la Castellana, 35 **28046 MADRID**
- GILSON INTERNATIONAL B.V. Avda. de Castilla, 1 (N II Km 17) Polígono Empresarial San Fernando 28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- GOMENSORO, S.A. Aguacate, 15 **28044 MADRID**
- INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L. Aveda. Cerdanyola, 73, º Izq 08172 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)
- IZASA, S.A. Aragoneses, 13 Polígono Industrial Alcobendas 28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- MILLIPORE IBÉRICA, S.A.U. Avda. de Burgos, 144 28050 MADRID
- SCHARLAB, S.L. Gato Pérez, 33 Polígono Industrial Mas D'en Cisa 08181 SENTMENAT (Barcelona)

- SERVICIO Y MANTENIMIENTO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS, S.A.L. (SYMTA, S.A.L.) San Máximo, 31 **28041 MADRID**
- S.I.A. ENGINYERS, S.L. Monturiol, 16, baixos 08018 BARCELONA
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CARBUROS **METÁLICOS** Plaza de Cronos, 5 **28037 MADRID**
- SUGELABOR Sicilia, 36 28038 MADRID
- VERTEX TECHNICS, S.L. Comercio, 12-14 bajos 08902 HOSPITALET DE LLOBREGAT (Barcelona)
- VWR INTERNATIONAL EUROLAB, S.L. Ronda Can Fatjo, 11 Edificio Tecnopark, 3 Parc Tecnològic del Vallés 08290 CERDANYOLA DEL VALLÉS (Barcelona)





#### NUEVA DIVISIÓN Bruker Chemical Analysis

Desde el pasado mes de mayo, las anteriores divisiones de Varian de GC, GCMS e ICPMS junto con el correspondiente personal de ventas, aplicaciones y servicio técnico forman parte de Bruker, englobándose en una nueva División llamada Bruker Chemical Analysis.

Bruker es una compañía de instrumentación con una dilatada historia de 50 años de innovación, líder en equipos de alta tecnología: NMR, EPR, LCMS (MALDITOF, ESITOF/Q-TOF, Ion Trap, FT-MS), FT-IR, NIR, Raman y Difracción/Fluorescencia de Rayos-X entre otros, establecida directamente en España desde 1973 y con amplia presencia en las principales Universidades, Centros de Investigación y Laboratorios de nuestro país.

Con la incorporación de la nuevas tecnologías de GC, GCMS e ICPMS, Bruker amplía aún más su presencia en los laboratorios de análisis químico en los campos Industrial/Petroquímico, Alimentación, Medio ambiente, Toxicológico y Farmacéutico, entre otros.

Desde ahora, aunando el compromiso y poder tecnológico de Bruker con la dilatada experiencia en el mercado analítico de todos los profesionales que formamos parte de la División, esperamos, aún más, seguir ofreciendo a nuestros usuarios las mejores y más innovadoras soluciones analíticas y un servicio personalizado para el máximo rendimiento de sus equipos y optimización de su Laboratorio.

Las nuevas líneas de instrumentación ofrecidas por Bruker, incorporan los siguientes equipos:

# Cromatógrafos de Gases Bruker serie 400

La serie 400 consiste en dos modelos de cromatógrafos de gases junto con un amplio abanico de accesorios y soluciones analíticas "llave en mano" que permiten abordar inmediatamente metodologías ya establecidas o nuevas soluciones específicas y personalizadas requeridas por el laboratorio con aplicaciones en los campos industrial/petroquímico, agroquímico y medioambiental, principalmente. El cromatógrafo Bruker 450-GC es un modelo de gran flexibilidad y poder analítico así como de una operación sencilla y robustez a toda prueba.

Permite la operación simultánea de hasta tres canales cromatográficos y la incorporación de una amplia gama de inyectores, detectores, válvulas de inyección/conmutación, sistemas automáticos de introducción de muestras, columnas y accesorios.



Está totalmente controlado desde la Estación de Datos Galaxie además de disponer de una pantalla local de alta resolución en color, muy intuitiva y en español, para modificación y seguimiento en tiempo real de cualquier parámetro.

El cromatógrafo Bruker 430-GC ofrece las mismas prestaciones analíticas en un diseño compacto y pequeño tamaño ocupando la mitad de espacio.

De un solo canal cromatográfico, es la solución ideal para aplicaciones de rutina.

#### Sistemas GCMS Bruker serie 300

El Bruker 320-MS es la última generación de sistemas GCMS Triple Cuadrupolo, ofreciendo una sensibilidad única a nivel de femtogramos, amplio rango de masas 10-2000 dalton y una variada gama de configuracionescromatográficas y de ionización para dar respuesta a



cualquier necesidad analítica, todo ello en tan solo 72 cm de espacio lineal en el laboratorio. En pocos segundos, de forma sencilla, se puede cambiar de modo de ionización EI/CI sin necesidad de romper el vacío. El 320-MS es el GCMS Triple Cuadrupolo más sensible, robusto y flexible disponible actualmente.

#### Sistemas ICPMS Bruker serie 800

Los sistemas ICPMS serie 800 de Bruker, incorporan innovaciones tecnológicas que permiten su uso en rutina, y que claramente están marcando tendencias en el mercado actual de técnicas atómicas. Su nueva óptica que permite focalizar los iones en 4 dimensiones con una única lente, garantiza una máxima transmisión libre de partículas indeseadas, ofrece sensibilidades de Gigahercios con fondos extraordinariamente bajos. En su modelo 820-MS, se combina además con una interfase de colisión reacción (CRI) para la eliminación de interferencias de respuesta inmediata y que permite la máxima flexibilidad posible en la definición de métodos en prácticamente cualquier tipo de matriz.



Su diseño innovador y eficaz ofrece un nuevo salto adelante en la tecnología de ICPMS para convertirlo en el instrumento de rutina, para el análisis de metales a niveles ultratraza, que demandan actualmente los laboratorios.

#### Para mayor información, puede visitar:

www.bruker.com/chemicalanalysis

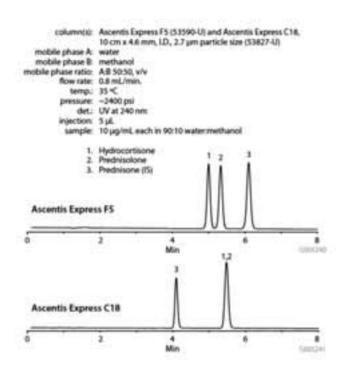
# O bien ponerse en contacto con nuestras oficinas en España:

Parque Empresarial Rivas Futura C/ Marie Curie, 5. Edificio Alfa 28521 Rivas Vaciamadrid (Madrid) Tel. 91/499 46 34/4080 Fax 91/656 62 37 bruker-cad@bruker.es

# SIGMA-ALDRICH®

## COMPLETAMOS EL MÁS AMPLIO RANGO DE SELECTIVIDAD EN COLUMNAS PARA UHPLC ASCENTIS® EXPRESS.

La más reciente incorporación a la familia Ascentis® Express de columnas para UHPLC, Ascentis® Express F5, completa el rango de selectividades de las más robusta, eficaz, sensible y rápida línea de columnas para Cromatografía de Ultra Alta Eficacia (a presiones normales). Ya disponibles las fases C18 (incluye columnas capilares), C8 (incluye columnas capilares), RP-Amide, HILIC, Phenyl-Hexyl, Peptide ES-C18 y ahora F5 (pentafluorophenyl), que combinan las propiedades de las partículas Fused-Core<sup>TM</sup> con unas selectividades únicas.



Más información y columnas de prueba llamando a Pedro Gutiérrez

Tel. 91 657 20 65 pedro.gutierrez@sial.com www.sigmaaldrich.com/analytical

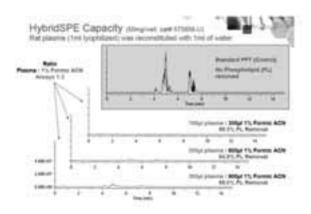


### ELIMINE FOSFOLÍPIDOS EN BIOANÁLISIS

La tecnología de limpieza de muestras en tubos y placas HybridSPE-Phospholipid permite en un único paso y de manera sencilla eliminar de las muestras biológicas (suero, plasma, orina,...) proteínas, lípidos, macromoléculas y **fosfolípidos**, consiguiendo eliminar gran parte de los problemas que presentan las muestras biológicas en el análisis por LC-MS de drogas, fármacos, metabolitos, etc.

Características y Beneficios de la tecnología HybridSPE-Phospholipid:

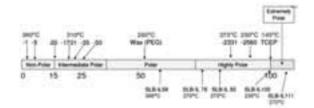
- Combina tanto la proteína de precipitación (PPT) y Extracción en Fase Sólida (SPE).
- Ofrece la simplicidad y la naturaleza genérica de precipitación de proteínas.
- Selectividad enfoques SPE a través de la eliminación selectiva de los fosfolípidos.
- 03/02 paso procedimiento genérico.
- 100% de eliminación de fosfolípidos y proteínas precipitadas.
- Mínimo o no el desarrollo del método.
- Disponible en 96 pozos y un cartucho de dimensiones ml.
- Puede ser utilizado para enriquecer los fosfolípidos para el análisis.

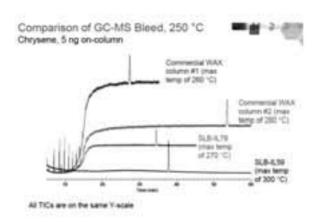


Amplia información y muestras en Servicio Técnico: Tel. 900 10 13 76 serviciotecnico@sial.com www.sigmaaldrich.com/hybridspe-ppt

# LÍQUIDOS IÓNICOS COMO FASES ESTACIONA-RIAS EN CG

Los cromatografistas de gases están de enhorabuena, la familia de fases de polaridad media a alta para Cromatografía de Gases con Líquidos Iónicos ha crecido. Ya disponibles las fases IL-59, IL-76, IL-82,IL-100, IL-111, columnas con fases de mayor estabilidad térmica que sus equivalentes en polaridad, menor sangrado y mayor robustez.





No deje de visitar nuestra pagina Web: www.sigma-aldrich.com/il-gc
O consultar a nuestro Servicio Técnico
Tel. 900 10 13 76
serviciotecnico@sial.com



# NO PERDER DE VISTA EL AGUA

En el año 2008, se encontraron medicamentos como antibióticos, anticonvulsivos, estabilizantes del estado de ánimo y reductores del colesterol en el agua potable de más de 40 millones de norteamericanos¹. Además de los productos farmacéuticos, contaminantes presentes en el agua potable como percloratos, pesticidas, herbicidas, disruptores endocrinos, retardantes de llama bromados y productos de cuidado personal son causa de un flujo constante de noticias sobre el contenido de nuestro sistema de abastecimiento de agua.

#### **Contaminantes emergentes**

Pese a denominarse "contaminantes emergentes", muchos de esos compuestos se han estado utilizando durante décadas. Lo que es nuevo es nuestra capacidad para medir esos contaminantes a las bajísimas concentraciones a las que se encuentran en nuestro suministro de agua.

En Merck Millipore, revisamos los informes sobre contaminantes emergentes y evaluamos si nuestros sistemas de purificación permiten su eliminación eficaz o si, quizá, se precisan etapas de purificación añadidas. Dos ejemplos recientes son los disruptores endocrinos (EDC) y el perclorato.

Los disruptores endocrinos son sustancias naturales y sintéticas que alteran la función del sistema endocrino y consecuentemente causan efectos adversos en un organismo o su progenie. Las sustancias sospechosas de ser EDC son los organohalogenados (cloroformo, dioxinas), los productos químicos utilizados en los pesticidas (DDT) y los plásticos (bisfenol A, ftalatos).

Hemos diseñado sistemas de purificación del agua capaces de eliminar una amplia variedad de contaminantes del agua. Esos sistemas combinan diversas tecnologías de purificación, como la ósmosis inversa, la electrodesionización, el carbón activo, las resinas de intercambio iónico y la radiación ultravioleta. Se han diseñado diversos filtros finales desechables para responder a las necesidades de los científicos que necesitan agua sin contaminantes específicos. En concreto, se optimizó un cartucho para la eliminación de los disruptores endocrinos. El car-

tucho está fabricado en materiales seleccionados para evitar la recontaminación del agua purificada y contiene un tipo específico de carbón activo.

El perclorato es otro ejemplo de contaminante emergente que está recibiendo una gran atención. Hasta hace bien poco no se le consideraba el perclorato una sustancia peligrosa por lo que se solía eliminar a través de los sistemas de aguas residuales comunes. El número cada vez mayor de laboratorios ambientales que controlan el perclorato en el agua y los alimentos precisan agua de grado analítico exenta de perclorato.

Nosotros desarrollamos un método de cromatografía iónica para analizar el perclorato al nivel de nanogramos por litro en agua ultrapura y evaluamos la eficiencia de eliminación de diversas combinaciones de técnicas de purificación de agua. Nuestro estudio demostró que la ósmosis inversa por sí sola eliminaba el 97% del perclorato añadido mientras que las resinas de intercambio iónico y la electrodesionización eliminaban todos los vestigios restantes. Un sistema de purificación de agua que combina estas tecnologías asegura que el agua ultrapura utilizada en el laboratorio carezca de perclorato.

#### Sin bajar la guardia

Es crucial que los investigadores y los desarrolladores de sistemas de purificación de agua de laboratorio sean conocedores de la presencia de estos contaminantes emergentes, y de otros que aparecerán en el futuro.

Si bien la presencia de cantidades vestigiales de los contaminantes emergentes quizá no plantee hoy un problema en la mayoría de los laboratorios, todos los investigadores deben conocer lo que hay en el agua que están utilizando y cómo podría afectar a sus estudios.

En la tabla siguiente se resumen las diferentes especificaciones del agua propuestas por Merck Millipore:

Contaminante	Unidad ( y parámetro)	Tipo III	Tipo II	Tipo I
Iones	MOhm.cm (Resistividad)	>0,05	> 1,0	>18,0
Compuestos orgánicos	ppb (TOC)	< 200	< 50	< 10
Partículas > 0,2 µm	Unidades/ml	NA	NA	<1
Sílice	ppb	< 1000	< 100	< 10
Bacterias	ufc/10 ml	< 10000	< 100	<1

Estos valores constituyen únicamente una orientación, ya que algunas aplicaciones analíticas específicas pueden precisar calidades de agua específicas.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Donn J., Mendoza M., Pritchard J. AP probe finds drugs in drinking water. Associated Press (2008).





### CARTUCHOS DE EXTRACCIÓN EN FASE SÓLI-DA EXTRABOND SCHARLAU

La nueva gama de cartuchos poliméricos ExtraBond de última generación se basa en la fase ExtraBond EB.

Se trata de poliestireno divinilbenceno esférico modificado con pirrolidona. Tiene mayor capacidad y área superficial que los rellenos basados en sílica. Es un material que presenta un equilibrio entre las propiedades hidrofílicas e hidrofóbicas pudiendo ser usado en un rango de pH de 1 a 14.

ExtraBond ofrece unos excelentes valores de reproducibilidad, recuperación y velocidad de extracción.

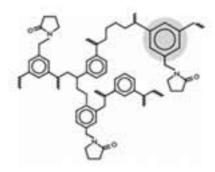
La gama ExtraBond cubre cualquier necesidad de extracción. Consta de 3 tipos de rellenos con distinta polaridad según su modificación.



# Tipo Fase Reversa: ExtraBond EB2

ExtraBond EB2 es un revolucionario cartucho polimérico válido para la mayoría de analitos, incluso para compuestos muy polares e hidrofílicos. Es el nuevo relleno de extracción en fase sólida basado en la fase ExtraBond EB (poliestireno divinilbenceno esférico modificado con pirrolidona) modificada con urea. Tiene un rango de pH de 1 a 14.

ExtraBond EB2 es excelente para compuestos ácidos, básicos y neutros.



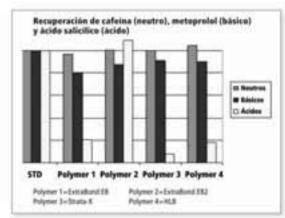
## Intercambio Catiónico: ExtraBond ECX

ExtraBond ECX es el nuevo relleno polimérico basado en la fase ExtraBond EB (poliestireno divinilbenceno modificado con pirrolidona) que actúa como una fase dual: fase reversa e intercambiador catiónico. Estable de pH 0 a 14.

#### Intercambio Aniónico: ExtraBond EAX

ExtraBond EAX es el nuevo relleno polimérico basado en la fase ExtraBond EB (poliestireno divinilbenceno modificado con pirrolidona) que actúa como una fase dual: fase reversa e intercambiador aniónico. Estable de pH 0 a 14.

Estudio de recuperación de cafeína, metoprolol y ácido salicílico con ExtraBond EB2



#### Listado de referencias

Referencia	Descripción	Uds.
EB20301100	EB2, 40μm, 30mg/1ml	100
EB20603050	EB2, 40μm, 60mg/3ml	50
EB22006030	EB2, 40µm, 200mg/6ml	30
ECX0301100	ECX, 40µm, 30mg/1ml	100
ECX0603050	ECX, 40μm, 60mg/3ml	50
ECX2006030	ECX, 40µm, 200mg/6ml	30
EAX0301100	<b>EAX</b> , 40μm, 30mg/1ml	100
EAX0603050	EAX, 40µm, 60mg/3ml	50
EAX2006030	EAX, 40µm, 200mg/6ml	30

¡¡Disponibles en múltiples formatos y a granel!



#### **PLATINBLUE**

Los nuevos equipos de la línea PLATINblue de Knauer han sido diseñados para satisfacer las características que exige la cromatografía UHPLC, sin olvidar la tradicional cromatografía de HPLC. Los esfuerzos de los científicos e ingenieros que han diseñado estos equipos se han centrado en ofrecer las más altas prestaciones en: Flexibilidad, Rapidez, Precisión y Facilidad de Uso.

#### Flexibilidad

El potencial de separación cromatográfica ofrecido por las columnas empaquetadas con partículas de diámetro inferior a 2 micras, sólo se puede rentabilizar plenamente con equipos de UHPLC (Ultra High Performance Liquid Chromatography).

La posibilidad de intercambio de las cabezas de las bombas le permite adaptarse de forma flexible a prácticamente todas las condiciones de UHPLC y HPLC. Los equipos PLATINblue son los únicos equipos de UHPLC del mercado que pueden ofrecer un gradiente binario (bajo pedido también ternario y cuaternario) de alta presión o un gradiente cuaternario de baja presión. A 400 bares, los caudales aportados por la bomba llegan a 10 ml/min, para 800 bares se llega a 5 ml/min y para 1000 bares, el caudal llega a 2 ml/min. El gradiente binario de alta presión (HPG) posee un volumen muerto 110 µL (incluyendo bomba, inyector y cámara de mezcla). La composición de la fase móvil puede cambiar hasta un 3%/min.

## Rapidez

La línea PLATINblue hace posible aumentar la rapidez y productividad del trabajo de laboratorio al reducir el tiempo necesario para lograr separar los analitos. El tiempo de inyección se reduce a 15 s o < 60 s con el lavado de la aguja. El número de las muestras se incrementa hasta 768, en dos placas de 384 pocillos, o 96 muestras en viales de 1.8 ml. La adquisición de la señal se ha incrementado hasta 200 Hz, proporcionando mayor resolución a los picos y una integración más precisa.

#### Precisión

Las columnas de cromatografía de UHPLC proporcionan picos más estrechos y pronunciados que, unidos al bajo ruido y deriva de los detectores de UV y PDA, garantizan un incremento notable en la sensibilidad respecto a HPLC.

Las bombas son controladas electrónicamente, lográndose una baja pulsación que redunda en una línea base estable. Las fuentes de radicación de UV y VIS combinan una alta duración e intensidad en todo el espectro. La optimización de la celda de medida es otro punto fuerte de los detectores PLATINblue. Combinan un paso de luz de 10 mm con un volumen tan reducido como 2  $\mu$ l, que hacen posibles la detección y cuantificación de pequeños picos. El nivel de ruido se ha reducido a 5  $\mu$ UA y la deriva es inferior a 50  $\mu$ AU/h. La linealidad en las medidas se consigue hasta absorbancias que superan 3 AU.

#### Facilidad de Uso

El menú de los equipos se controla a través de una pantalla táctil (si se desea puede ser por teclado). Todas las funciones pueden ejecutarse desde un PC de forma sencilla y completa. La comunicación entre los equipos y el PC se realiza por un puerto Fast-Ethernet. Se ha diseñado una nueva versión del ChromGate para controlar los equipos de la serie PLATINblue. Los equipos se pueden configurar a través de la red y con un único software se pueden controlar todos los equipos Knauer y una gran variedad de instrumentos producidos por otros fabricantes. Con esto se reduce el tiempo de entrenamiento del personal, se consigue uniformar el uso y se armonizan los formatos de los informes. El software ha obtenido el Certificado de la FDA Part. 11 Compliance. Se ha trabajado para conseguir una presentación clara en 3D, que facilita la interpretación de los cromatogramas obtenidos con DAD. Además, se han potenciado las bibliotecas de espectros y una búsqueda más rápida.

# **BIOLINE**

El sistema Bioline Start se diseñó pensando en las exigencias tanto de los profesionales del control de calidad, como en la investigación y desarrollo. Los equipos Bioline son resistentes a todas las disoluciones tampón utilizadas en biocromatografía, puesto que sus componentes están fabricados en materiales biocompatibles. Se pueden utilizar disolventes como el acetonitrilo o el metanol sin restricciones.



Las columnas de vidrio de alta resolución de Bioline proporcionan una presión estable hasta los 100 bares. Disponen de una camisa que permite controlar la temperatura entre 0 y 60º C. En el diseño se ha puesto especial atención al intercambio de componentes, el ajuste de la longitud de las columnas y la compresión del lecho de forma sencilla. Como ejemplo, el vaciado se consigue mediante el desplazamiento de una palanca y el cierre girando una rosca, sin necesidad de utilizar herramientas. Todos los componentes de las columnas se pueden adquirir por separado. El vidrio de las columnas es borosilicatado, químicamente inerte (y biocompatible). Están disponibles en tres longitudes (30, 60 y 100 cm) y con tres diámetros internos (10, 20 y 30 mm) útiles para un amplio rango de implicaciones.

Las columnas se alojan en el soporte Bioline, que además de las columnas Knauer, puede alojar columnas de LC de otros fabricantes. Las columnas equipadas con camisa termostatizada se pueden enfriar mediante un circuito integrado en el soporte.





Sugelabor, S.A. Calle Sicilia 36 28038 Madrid. Tél: 91 501 39 36 www.sugelabor.com



# NUEVO SORBENTE DE HPLC: ACE C18-PFP

Las columnas de HPLC con rellenos C18 han oscurecido las ventajas de otras fases ligadas como son la CN, la fenilo, las fluoradas, etc. Por si fuera poco, la percepción de que esas fases no son tan fiables como las C18 por algún caso puntual, ha obstaculizado más, si cabe, no sólo el desarrollo, sino sobre todo el uso de esos nuevos rellenos, así como la elección de una fase distinta o alternativa a la C18 convencional que de mejores prestaciones como puedan ser, por ejemplo, la resolución, o tiempo de análisis, o una mayor sensibilidad.

El hecho de tener y/o presentarse cada vez muestras más complejas y/o analitos más difíciles de analizar ha hecho necesario indagar en nuevos mecanismos de retención dentro de las fases C18. Esa filosofía se usa para combinar la selectividad de una fase pentafluorofenilo con la selectividad y retención de una fase C18 y así crear la nueva ACE C18-PFP. Las interacciones  $\pi-\pi$  son uno de los mecanismos que más contribuyen en la separación de la nueva fase ACE C18-PFP. También los enlaces de hidrógeno que tienen lugar entre un hidrógeno del analito y un átomo de flúor electronegativo del grupo PFP.

# ¿Por qué una nueva fase?

Experimentalmente la resolución puede mejorarse optimizando la velocidad del flujo, el tamaño de la partícula de relleno, la temperatura de trabajo, aumentando la longitud de la columna, seleccionando adecuadamente la composición de la fase móvil y la fase estacionaria.

Se podría decir que  $\alpha$ , la selectividad, es la variable que más influye en el desarrollo de la separación. De hecho, una buena optimización de este parámetro permite obtener separaciones satisfactorias de todos los picos de una muestra de interés a una presión y tiempos de análisis aceptables.  $\alpha$  puede aumentar cambiando la composición de la fase móvil, cambiando la temperatura de trabajo, o variando la naturaleza de la fase estacionaria; por tanto, depende del material utilizado en la columna. Un aumento de  $\alpha$  produce un aumento de la

resolución. Cuanto más elevado es el valor de  $\alpha$ , mayor es la selectividad de la fase estacionaria y más fácil es la separación.



Figura 1. Un aumento de N, k o α, conduce a un aumento de la resolución.

#### Influencia del grupo PFP en la forma de pico

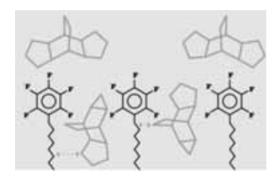


Figura 2. Impedimento estérico

Los fluoruros proporcionan una rigidez estructural significativa a la fase ligada. Esa rigidez puede provocar impedimento estérico y por tanto interaccionar con algunas moléculas a su paso por la columna que a su vez pueden interaccionar con la fase alifática o el grupo PFP. Ese "estorbo" se verá reflejado en la forma del pico de la molécula en disolución, permitiendo interacciones más fuertes con unas moléculas que con otras. Una C18 convencional no tiene esa rigidez estructural.

#### Ventajas de la fase ACE C18-PFP sobre la C18 o PFP

1. Las fases típicas PFP pueden ser útiles en ocasiones a la hora de generar separaciones satisfactorias. Sin embargo, carecen de la fuerte interacción hidrofóbica que contribuye a las ventajas en la separación. Debido a la alta hidrofobicidad de la fase C18-PFP, es de esperar una mayor retención y mejores diferencias en la selectividad comparadas con las PFP normales.

- 2. Normalmente, las colas en los picos reducen la resolución, disminuyendo la sensibilidad llegando incluso a interferir en la exactitud y en la precisión. Como todos los rellenos de las columnas ACE, la ACE C18-PFP se ha fabricado usando sílica de altísima calidad, sílica ultra-pura dotada de una actividad silanólica extremadamente baja, como soporte en la fase estacionaria. La fase C18-PFP mantiene intactos los pilares que han cimentado los rellenos ACE, está densamente unida y ha seguido el proceso de end-capped usando la tecnología patentada para enlazar a todos los silanoles disponibles. El resultado es una fase ultra-inerte que elimina virtualmente la actividad silanólica y por tanto minimiza la cola de los picos debida a esas interacciones.
- 3. A pesar de la pureza de la sílica o la eficiencia en el proceso de unión, la única vía para asegurar la calidad y reproducibilidad de la fase estacionaria en las columnas empacadas es tener un estricto control en el proceso de fabricación. Esto requiere exhaustivos tests y los exámenes más rigurosos para conseguir que la calidad de las columnas ACE sea de las mejores. Las columnas ACE C18-PFP, como todas las columnas ACE, son objeto de los tests más exigentes del mercado. Como consecuencia de esto, las columnas ACE se han ganado la reputación de ser las columnas de mayor calidad y mayor reproducibilidad de las comerciales disponibles.
- 4. El uso de una cadena alquílica para aumentar la vida de la columna: la longitud de la cadena alquílica es un factor de estabilidad. Esta es la razón de porqué las fases C18 son consideradas más duraderas que otras fases como las C4, cianopropilos, fenilos, etc. Las fases PFP no están consideradas tan estables como las fases C18, cosa que no ocurre con las ACE C18-PFP, cuya estabilidad es comparable a las C18 más estables.
- La ACE C18-PFP exhibe un sangrado mínimo, lo que demuestra la idoneidad de esta columna en aplicaciones donde el sangrado puede ser un problema.

Symta S.A.L. Tel.: 91 500 20 60 Fax: 91 500 00 45 e-mail: info@symta.





#### ICS-5000: EL NUEVO EQUIPO DE CROMATO-GRAFÍA IÓNICA DE DIONEX

El nuevo equipo de DIONEX, **ICS-5000**, es el primer sistema de Cromatografía Iónica, que además del análisis habitual en modo analítico (microbore en 2mm o estándar bore en 4mm), presenta por primera vez la tecnología capilar (0.4mm ID).

El ICS-5000 combina la sensibilidad con la capacidad para analizar las muestras con un flujo de  $10\mu L/min$  (sistema capilar), de 0.25mL/min (sistema microbore) o de 1mL/min (sistema estándar bore), o cualquier combinación de ellas en un sistema dual.

La gran variedad de módulos del ICS-5000 confiere a este equipo una alta flexibilidad, modularidad y facilidad de uso, ya que le permite configurar el sistema y adecuarlo a sus necesidades: análisis de aguas, biotecnología, análisis de alimentos, análisis medioambientales, análisis en producción energética, aplicaciones farmacéuticas, química forense, industria química y otras. Los analitos de interés más habituales suelen ser: aniones, cationes, carbohidratos, ácidos orgánicos, metales, etc.

Características ICS-5000, diseño modular altamente versátil.

- Bombas <u>ICS-5000 SP</u> (Single Pump) y <u>DP</u> (Dual Pump), para separaciones de alto rendimiento analítico y/o capilar.
- <u>ICS-5000 EG</u> (Generador de eluyentes), Cromatografía Iónica sin reactivos (RFIC), sólo agua.
- <u>ICS-5000 TC</u> (Horno de columnas), para un control preciso de la temperatura desde 5 a 85 °C.
- <u>IC Cube</u>™, módulo que contiene todos los consumibles del sistema capilar en un solo lugar.
- ICS-5000 DC Detector, módulo para detectores.
- Amplia variedad de detectores:
  - ICS-5000 Detector de Conductividad, determinación de aniones y cationes, ahora en formato capilar y analítico.
  - ICS-5000 Detector Electroquímicos, con el nuevo y más robusto electrodo de referencia de Pd, para la determinación de carbohidratos.
  - ICS-Serie VWD y Fotodiodo Array <u>detectores</u> <u>ópticos</u>.
- Gran gama de columnas y accesorios Dionex.

#### Configuraciones

- Configuración Básica para rutina, dedicada al análisis capilar, estándar bore o microbore.
- Sistema de configuraciones Dual-RFIC, para aplicaciones complejas y de alto rendimiento incluyendo IC x IC (2D IC) con sistemas híbridos capilar/analítico.



Las mejoras significativas en el rendimiento hacen que el ICS-5000 sea el sistema más sensible, estable y fácil de usar de Cromatografía Iónica disponible en la actualidad. Mejoras notables en la precisión de flujo, en la estabilidad electrónica del generador de eluyentes y en la celda de conductividad termostatizada aumentan y mejoran la sensibilidad.

Además, con la compra de este equipo, usted obtendrá no sólo un sistema, si no una solución completa basada en la más moderna tecnología de DIONEX, el líder en Cromatografía Iónica desde hace más de 30 años.

#### Cromatografía Iónica Capilar Innovadora

Con la presentación del **ICS-5000**, Dionex introduce la Cromatografía Iónica Capilar en el mercado:

- incremento de la sensibilidad mejores bombas para la IC capilar que permiten incrementar la sensibilidad.
- equipo siempre listo con el sistema de generación automática de eluyentes a flujos de μL/min, el IICS-5000 está siempre listo para analizar.
- ahorro económico con la IC capilar se ahorra en tiempo, en eluyentes, en gestión de residuos, y por tanto, en dinero.

Con esta introducción ofrecemos sensibilidad y facilidad de uso a un nuevo nivel, simplificando la cromatografía mientras simultáneamente aumentamos el poder y la reproducibilidad del análisis de iones. Los sistemas RFIC Capilar redefinen la forma en que la cromatografía tiene lugar.

El ICS-5000 representa el siguiente paso en la evolución de la Cromatografía Iónica.

Para más información, consultar al distribuidor de Dionex en España: Vertex Technics S.L., www.vertex.es

# Productos Analítica / Sigma-Aldrich



Diseñados especialmente para sus Aplicaciones Analíticas



# Soportando todas sus necesidades de Análisis y Purificación

- Columnas/Accesorios HPLC
- Tubos/Cartuchos/Manifolds SPE
- Columnas/Rellenos Cromatografía Flash
- Reactivos Analítica

- Columnas/Liners/Purificadores en GC
- Fibras/Soportes SPME
- Estándares Químicos
- Productos para Valoraciones

Más información, llamando al 900 101 376 / 91 657 20 65 o visitando en sigma-aldrich.com/analytical



TENEMOS ALGO QUE DECIR A QUIENES TODAVÍA UTILIZAN MÉTODOS HPLC.

# BIENVENIDOS.

# PRESENTAMOS EL ACQUITY UPLC® H-CLASS.

MÁXIMAS PRESTACIONES PARA CUALQUIER LABORATORIO.

Regístrese en la página waters.com/hclass y le prepararemos una demostración del sistema

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.