

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

32
BOLETIN DE LA SECYTA
VOLUMEN 32 NÚM. 1 (2011)
WWW.SECYTA.ORG

El nuevo equipo de

DIONEX

UHPLC⁺
focused



**La tecnología UHPLC
ahora más accesible**

www.vertex.es



ISO 9001:2008



VERTEX
Technics

Barcelona: C/Comercio, 12 - 08902 L'Hospitalet de Llob. - Tel: 932 233 333 - Fax: 932 232 220
Madrid: C/ Sofía 177 J - Local C - 28022 Madrid - Tel: 913 240 014 - Fax: 913 134 753
Bilbao: 944 471 999 - Málaga: 952 398 854 - Vigo: 986 200 366

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, Madrid, Junio de 2011 Vol. 32, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

2 EDITORIAL

ARTÍCULO

- 3 Técnicas cromatográficas aplicadas a la determinación de nitrocelulosa como componente de explosivos. *M. A. Fernández de la Ossa, M. Torres y C. García-Ruiz.*

NOTICIAS DE LA SECyTA

- 14 13^{as} Jornadas de Análisis Instrumental (JAI)
18 Nuevos socios

CURIOSIDADES ANALÍTICAS

- 19 Un problema en los espectros de masas de carbohidratos sililados

INFORMACIONES

- 22 Calendario de Actividades

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

- 26 Artículos de interés
29 Reseña de libros

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

- 31 Nota técnica
35 Novedades técnicas

IMPRESOS DE SOLICITUDES DE AYUDAS PARA CONGRESOS

Redacción: Lourdes Ramos (lramos@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 (javier.moreno@csic.es)
José Ángel Gómez Ruiz (joseangel.gomez.ruiz@csic.es)
Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL, CSIC-UAM).
Nicolás Cabrera 9, Campus de la Universidad Autónoma de Madrid, 28049 Madrid.
Tel. 91 001 79 00

Publicidad: Mario Fernández (mario@iqog.csic.es)
Instituto de Química Orgánica General (CSIC).
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91 562 29 00

Depósito legal: M-1902-1975

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

Diseño de portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

CROMATOGRAFÍA ANTICRISIS (2)

Hace un par de semanas tuve el honor de recibir a una delegación de una Institución de investigación china en visita oficial a España, y en concreto al CSIC. Tenían interés en conocer la investigación que realizamos en el Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua (IDÆA). La entrevista fue muy cordial. Al final les mostré algunos laboratorios del Instituto y como traca final el Laboratorio de Espectrometría de Masas, donde disponemos de unos 15 instrumentos GC-MS y LC-MS en diversas configuraciones, todos ellos en funcionamiento. A los miembros de dicha delegación todo les gustó mucho; de pronto, uno de los invitados apuntando a uno de los instrumentos, me dice con asombro: “*Look, made in China*”. Me quedé estupefacto; en un acto reflejo le contesté: “*Yes, and it works very well*”. O sea, que cuando yo quería impresionar a mis amables visitantes, el impresionado fui yo. No me había fijado en que algunos de los equipos de alta tecnología que compramos a empresas norteamericanas están fabricados en China.

Como he dicho en algunas “Palabras del Presidente” anteriores, la causa última de los cambios que estamos viviendo responden a un reordenamiento mundial por el que diversos países, que hasta ahora tenían poco peso económico pero una gran población, están adquiriendo el protagonismo económico que les corresponde. En este contexto, a los europeos nos conviene recordar que no tenemos asegurado un nivel alto de bienestar económico por definición. La contribución española a la economía mundial sólo se puede basar en la calidad. Lo hemos visto últimamente con el caso de los pepinos. Afortunadamente, el lamentable episodio con cepas de *Escherichia coli* de alta actividad patógena no tenía ningún origen relacionado con productos españoles. Sin embargo, también es cierto que un pepino no tiene por qué tener *E. coli* tanto si los cogió en origen o durante su transporte y distribución. Al que se los come le da igual. Además es bueno recordar que ninguna subvención compensa la pérdida de un mercado. Para vender hay que convencer a quien compra que él/ella hace un buen negocio con la adquisición. Que compra un material de alta calidad a un buen precio.

Lo dicho para estas bacterias también vale para los pesticidas y las sustancias químicas utilizadas en la obtención de los productos agrícolas y ganaderos. El control habitual y riguroso de los niveles de estos compuestos en los productos comercializados es la mejor garantía de prestigio que puede asegurar los mercados a pesar de episodios puntuales de confusión. Lo mismo se puede decir de la calidad de los productos como tales o de la calidad del medio ambiente, que es fundamental para un país que vive del turismo. La Cromatografía y la Espectrometría de Masas son herramientas esenciales para asegurar esta calidad. Afortunadamente, estas técnicas han alcanzado un buen grado de desarrollo en España. Se trata de mantener y profundizar en esta línea. Obviamente, ello es extensible a la Química Analítica Instrumental. Quien cree que esta exigencia de rigor en la calidad de los productos manufacturados y en la calidad del medio en que vivimos es exagerada se equivoca. Pan para hoy y hambre para mañana.

Todo ello abunda en la necesidad de potenciar y desarrollar la investigación y la tecnología. A nivel cromatográfico e instrumental quizá sería bueno ampliar el ámbito de actividades a desarrollos metodológicos e instrumentales (columnas, utillaje, instrumentos, etc). Afortunadamente, en España la Cromatografía y la Química Analítica son una realidad, no una promesa, y un buen ejemplo de ello es la publicación de dos volúmenes especiales en *Analytical and Bioanalytical Chemistry* y en *Journal of Chromatography A*, como resultado del *International Symposium on Chromatography* (ISC) celebrado en Valencia. Ahora, en 2011, tendrán lugar las 13ª Jornadas de Análisis Instrumental (JAI) en Barcelona (14-16 de noviembre 2011). Serán una nueva ocasión para presentar los desarrollos alcanzados en Química Analítica y Cromatografía. Como sabéis, las JAI se celebran dentro de Expoquimia, lo que les da una resonancia mayor dentro de la comunidad química española y europea. Este año, la organización de las JAI corre a cargo, en primera instancia, de nuestros amigos de la Sociedad Española de Química Analítica. Os esperamos a todos.

Joan O. Grimalt
Presidente de la SECyTA

ARTÍCULOS

Técnicas cromatográficas aplicadas a la determinación de nitrocelulosa como componente de explosivos.

M^a Ángeles Fernández de la Ossa^{ab}, Mercedes Torre^{ab} y Carmen García-Ruiz^{ab*}

^a Departamento de Química Analítica, Facultad de Química, Universidad de Alcalá, Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares (Madrid), España.

^b Instituto Universitario de Investigación en Ciencias Policiales (IUICP), Planta Piloto de Química Fina, Universidad de Alcalá, Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares (Madrid), España.

* e-mail: carmen.gruiz@uah.es

1. INTRODUCCIÓN

1.1. Nitrocelulosa

La nitrocelulosa es un material blanco, de textura fibrosa y de apariencia similar al algodón, que se fabrica a partir de celulosa. La celulosa es un polisacárido constituido por un intervalo comprendido entre 100 y 10000 unidades de D-glucopiranos unidas por enlaces β (1→4) ^[1]. Este polisacárido natural reacciona con ácido nítrico produciendo un polímero, la nitrocelulosa, también llamada nitrato de celulosa. La reacción general de formación de la nitrocelulosa a partir de la celulosa es un proceso de esterificación reversible y muy exotérmico esquematizado como: $R-OH + HONO_2 \rightarrow R-O-NO_2 + H_2O$ ^[2].

Tanto el precursor, la celulosa, como el producto final, la nitrocelulosa, tendrán una estructura similar, a excepción de los grupos presentes en los carbonos C2, C3 y C6. Estas posiciones, que en la molécula de celulosa están ocupadas por grupos hidroxilo, son las únicas disponibles para la nitración. Debido a que no todos los carbonos presentan la misma probabilidad de reacción con los grupos nitro, existe la posibilidad de obtener nitrocelulosa con diferente grado de nitración. De hecho, el orden de reactividad es $C6 \gg C2 \approx C3$ ^[2,3]. Por tanto, la fórmula molecular de la nitrocelulosa es $(C_6H_7O_2(OH)_{3-x}(ONO_2)_x)_n$, donde x indica el número de grupos hidroxilo intercambiados por grupos nitro. La cantidad de grupos hidroxilo sustituidos en una molécula se define como «grado de sustitución» (DS), cuyo cálculo se realiza mediante la ecuación (1) ^[4]:

$$DS = \frac{3,6 \times \text{contenido en nitrógeno} [\%]}{31,13 - \text{contenido en nitrógeno} [\%]}$$

Este parámetro representa una de las propiedades más importantes de la nitrocelulosa puesto que su valor afecta directamente a otras propiedades de este polímero como la solubilidad y la viscosidad. Además el DS determina las posibles aplicaciones del compuesto. El mononitrato

de celulosa posee un valor de DS de uno que corresponde a una molécula nitrocelulosa con un 6,76% de contenido en nitrógeno. Asimismo, si todos los grupos hidroxilo presentes en los carbonos C2, C3 y C6 fuesen reemplazados por grupos nitro se obtendría el mayor valor de DS posible, que corresponde con un valor de tres y un contenido en nitrógeno de un 14,14% (trinitrato de celulosa) (Figura 1). Sin embargo, lo normal es que los compuestos sintetizados presenten valores de DS inferiores al máximo que, como mucho, se sitúan en torno a $DS = 2,9$ ($\approx 13,9\%$ de contenido en nitrógeno) ^[3-5] debido a que los productos con valores superiores de DS son altamente inestables, además de requerir procesos de síntesis caros.

La solubilidad de la nitrocelulosa es inversamente proporcional al DS y al grado de polimerización (DP, definido como el número de monómeros repetidos a lo largo de la cadena polimérica). Por lo tanto, una nitrocelulosa con bajo contenido en nitrógeno será más soluble que otra que presente un alto contenido en nitrógeno. Así, dependiendo del contenido en nitrógeno, la nitrocelulosa es soluble en alcoholes, ésteres y cetonas mientras que, por el contrario, es insoluble en hidrocarburos alifáticos y aromáticos. La nitrocelulosa, debido a su naturaleza polimérica, no forma disoluciones saturadas, tal y como ocurre con los compuestos iónicos o moleculares, sino que en disolución se hincha (hasta alcanzar un estado de equilibrio), lo que provoca un aumento de la viscosidad y da lugar a la formación de disoluciones coloidales. Además, se ha estudiado la relación que existe entre la viscosidad y el contenido en nitrógeno (influenciada también, por el DP) ^[2-4].

1.2 Síntesis de nitrocelulosa

El químico y farmacéutico francés, Henri Braconnot sintetizó, en 1832, la primera nitrocelulosa. Mediante el tratamiento de pulpa de madera o algodón con ácido nítrico concentrado consiguió crear un sólido inflamable e inestable al que denominó “xiloidina”. Este compuesto presentó bajos contenidos en nitrógeno (4-5% como máximo) y, años después, se consideró como el precursor de la nitrocelulosa. No fue hasta 1846 cuando, Cristian

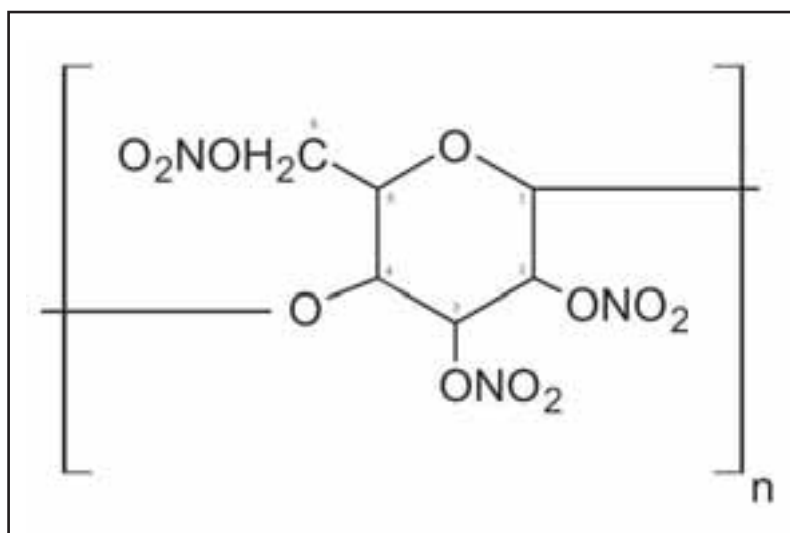


Figura 1. Estructura química teórica para una nitrocelulosa completamente nitrada (grado de sustitución, DS= 3; contenido en nitrógeno de 14,14%, trinitrato de celulosa).

Friedrich Schönbein sintetizó, y patentó, la primera nitrocelulosa estable. Para ello, el químico helvético-germano utilizó una mezcla de ácido nítrico y sulfúrico con la que consiguió nitrar algodón. La nitrocelulosa así obtenida presentaba un bajo contenido en nitrógeno (4-5%). Actualmente, se sigue utilizando el método desarrollado por Schönbein, con algunas variaciones, para la síntesis de nitrocelulosa comercial ^[2,5].

La nitrocelulosa desarrollada por Schönbein no sufrió ningún cambio significativo durante los siguientes cuarenta años hasta que, en 1884, Paul Vieille desarrolló su famosa “pólvora B”, que se convirtió en la primera pólvora sin humo sintetizada hasta entonces. Para ello, Vieille preparó suspensiones de nitrocelulosa en mezclas de alcohol-éter o en acetona, las secó y obtuvo un producto de consistencia similar a una gelatina. De esta manera, la nitrocelulosa entró a formar parte de las principales sustancias contenidas en las pólvoras ^[6]. Las contribuciones posteriores de Frederick A. Abel y Alfred Nobel a la estabilidad de la nitrocelulosa hicieron posible que, en 1890, se pudiese sintetizar una nitrocelulosa con las características apropiadas para su aplicación como explosivo ^[7].

Desde el punto de vista de la síntesis química, la fabricación de nitrocelulosa ha experimentado numerosas variaciones, orientadas, fundamentalmente, a la obtención de un producto estable, homogéneo y con un contenido en nitrógeno apropiado para su aplicación final. Inicialmente, se sintetizó nitrocelulosa tratando la celulosa con una disolución de ácido nítrico al 85%. Este método de síntesis, produjo una sustancia altamente heterogé-

nea e inestable y con un bajo contenido en nitrógeno (en torno al 8%) ^[3]. Posteriormente, el método de síntesis se mejoró mediante la incorporación de vapores de ácido nítrico previa a la adición de una disolución de ácido nítrico al 98%. En este proceso, la fase vapor ayudaba a generar un producto estable y homogéneo con mayor grado de nitración (13,6% como máximo) ^[3]. Mayores contenidos en nitrógeno (hasta 13,9%) se consiguieron utilizando mezclas de ácido nítrico y sulfúrico ^[3]. Las proporciones óptimas de estos ácidos comprenden valores desde 1:1 hasta 1:3 (ácido nítrico: ácido sulfúrico). A pesar de que la incorporación de ácido sulfúrico permitió alcanzar los mayores grados de nitración, es importante tener en cuenta que este ácido generaba ésteres sulfúricos de celulosa que son altamente inestables.

Asimismo, mezclas entre ácido nítrico y ácido fosfórico en proporciones comprendidas entre 1:1 y 1:3, correspondiendo al ácido fosfórico la mayor proporción, permitieron la síntesis de nitrocelulosa con un contenido en nitrógeno superior al 13,7% ^[3]. A pesar de que el producto obtenido era muy estable, presentaba una serie de problemas que impedían su fabricación en equipos de hierro y/o acero debido a la capacidad del ácido fosfórico de corroer estos materiales y en consecuencia inutilizar rápidamente la maquinaria industrial ^[2,5].

Nitrocelulosa con un contenido en nitrógeno superior al 14% se obtuvo utilizando mezclas de ácido nítrico y ácido acético ^[2]. La principal desventaja de este método era la aparición de nitroacetato en el medio de reacción, debido a que es una sustancia muy inestable a altas temperaturas.

Otra manera de sintetizar nitrocelulosa consistió en mezclar ácido nítrico con disolventes orgánicos, como por ejemplo, tetracloruro de carbono, cloroformo o nitrato de metilo como solución nitrante. Así, se produjo nitrocelulosa con altos contenidos en nitrógeno (por encima del 13,4%) y elevados rendimientos^[3].

La nitrocelulosa obtenida por cualquiera de los métodos citados anteriormente es un producto ácido e inestable, que debe ser neutralizado para conseguir su estabilización. El proceso de neutralización se basa en una serie de lavados con agua, primero a temperatura ambiente y, a continuación, a una temperatura de 100 °C. Posteriormente se aplican más lavados a pH básico y, con fines a eliminar los restos del ácido que puedan quedar atrapados entre las fibras de la nitrocelulosa durante la síntesis de la misma, éstas se muelen hasta conseguir fibras de longitudes entre 0,2 y 0,5 mm. Por último, se realiza una nueva serie de lavados con agua (en proporción 1:10, nitrocelulosa:agua) a 140 °C y 3-4 atmósferas de presión. En definitiva, se necesitan varios procesos largos, caros y complejos para la obtención de un producto de nitrocelulosa estable^[2].

Actualmente, la nitrocelulosa se prepara principalmente por dos métodos: fabricación en continuo o en discontinuo. Ambos se basan en la reacción de esterificación que tiene lugar entre los grupos hidroxilo de la celulosa situados en los carbonos C2, C3 y C6, y el ácido nítrico (añadido como mezcla sulfonítrica). Tanto los procesos de nitración, como los de separación, han cambiado poco en los últimos cien años, exceptuando algunas mejoras realizadas en los equipos de fabricación (se han cambiado los materiales iniciales, hierro y plomo, por acero inoxidable para evitar la rápida corrosión e inutilización de equipos), en el transporte de las materias primas en la planta (ha dejado de realizarse de forma manual para convertirse en un proceso automatizado), en el control del proceso (flujos, temperatura, revoluciones, etc.) y en el control de la calidad de la producción (control desde la materia prima hasta el producto final). El producto final, a pesar de ser estable, es muy sensible a posibles explosiones si está seco y, por lo tanto, requiere que su transporte y/o almacenaje se realice suspendido en agua^[2]. Además, se debe tener en consideración que a temperatura ambiente la nitrocelulosa se descompone mediante tres posibles mecanismos: hidrolítico, térmico y fotoquímico^[8].

1.3. Aplicaciones de la nitrocelulosa: su uso en explosivos

El contenido en nitrógeno es una característica muy importante de la nitrocelulosa puesto que determina su

uso y/o aplicaciones. La nitrocelulosa con un bajo contenido en nitrógeno (<12%) se utiliza, entre otras aplicaciones, para fabricar películas fotográficas, tintas y pinturas, mientras que la nitrocelulosa con un alto contenido en nitrógeno (>12%) se caracteriza por presentar naturaleza explosiva y debido a tales características, su principal aplicación se centra en la formación de composiciones explosivas como son las dinamitas y los propulsores^[2,4,8]. Las dinamitas son explosivos fuertes utilizados habitualmente con fines civiles. Están constituidas por compuestos de carácter explosivo (nitrato de amonio y nitroglicol), compuestos combustibles (butil-ftalato, harina o serrín y nitrocelulosa) y compuestos inertes (como carbonato de calcio). Los propulsores o pólvoras se utilizan para impulsar los proyectiles a elevadas velocidades y se clasifican según su composición en: pólvoras negras, homogéneas (también conocidas como pólvoras coloidales o de base nitrocelulósica), compuestas y de alto poder explosivo^[2,5]. Las pólvoras negras contienen mezclas de compuestos inorgánicos como nitrato de potasio, azufre y carbón^[5]. Las pólvoras homogéneas tienen como componente activo común la nitrocelulosa. El componente activo es el componente energético de la pólvora o propulsor (nitrocelulosa, nitroglicerina, nitroguanidina, dinitrotolueno, etc.); además de este componente en las pólvoras homogéneas podemos encontrar: compuestos estabilizantes, disolventes del compuesto activos, plastificantes, modificadores balísticos, aditivos, etc. Estas pólvoras se dividen en tres tipos, en función de su número de componentes activos: i) pólvoras de simple base, que contienen principalmente nitrocelulosa; ii) pólvoras de doble base, que están formadas por nitrocelulosa y otra sustancia explosiva como nitroglicerina, dinitroetilenglicol o dinitrotolueno y iii) pólvoras de triple base, que están compuestas por nitrocelulosa y otras dos sustancias explosivas (nitroglicerina o dinitroetilenglicol y nitroguanidina)^[5,9]. Las pólvoras compuestas son matrices plásticas formadas por oxidantes inorgánicos y no contienen nitrocelulosa en su composición^[5]. Por último, las pólvoras de alto poder explosivo contienen un explosivo fuerte, materiales energéticos y no energéticos de unión, plastificantes y estabilizadores. Entre ellas, se encuentran las pólvoras LOVA (*low-vulnerability-ammunition*), que están formadas principalmente por hexógeno y un derivado de celulosa^[2,10] y las pólvoras HP (*high-performance*) que suelen contener hexógeno, nitrocelulosa y otros explosivos como el nitrato de triaminoguanidina.

Actualmente, el estudio de compuestos explosivos presenta un gran interés en química forense debido, en parte, a los ataques terroristas cometidos contra la población civil y militar. Por ello, hoy en día son necesarios estudios para la caracterización y la determinación de

este tipo de compuestos, de manera que se pueda llegar al origen del delito. La química forense se define como una disciplina capaz de analizar pruebas en todo tipo de “escenas del crimen” y elegir el mejor método de análisis químico en cada caso, dependiendo de la muestra y del uso futuro de la información analítica obtenida [11]. En el campo de los propulsores, la nitrocelulosa presenta un gran interés puesto que forma parte de la mayoría de éstos pero, hasta ahora, su caracterización y determinación continúa siendo un reto en química forense, debido, fundamentalmente, a la complejidad estructural y química de esta macromolécula y a la dificultad para encontrar buenos disolventes de la misma entre los utilizados habitualmente en los laboratorios químicos.

En consecuencia, el objetivo de este trabajo consiste en proporcionar una visión actualizada de las metodologías analíticas utilizadas para la caracterización y determinación de la nitrocelulosa contenida en explosivos, haciendo especial énfasis en las técnicas cromatográficas. Para ello, se han recopilado los artículos publicados en los últimos diez años sobre este tema.

2. CARACTERIZACIÓN Y DETERMINACIÓN DE NITROCELULOSA COMO COMPONENTE DE EXPLOSIVOS MEDIANTE TÉCNICAS CROMATOGRAFICAS

Las técnicas cromatográficas utilizadas para el estudio de la nitrocelulosa han sido tanto la cromatografía líquida como la cromatografía de gases. Mientras que la cromatografía de gases se ha utilizado para el estudio de las propiedades térmicas de este polímero [23-25], la cromatografía líquida ha sido la técnica de separación por excelencia para la determinación y caracterización de nitrocelulosa [12-22].

2.1. Cromatografía líquida

Dentro de las técnicas de cromatografía líquida, la cromatografía de exclusión molecular (SEC) ha sido la más utilizada y se ha aplicado, fundamentalmente, para obtener información sobre la distribución de masa molar de la nitrocelulosa y sobre la estructura de esta macromolécula. Los ejemplos de estas aplicaciones se muestran a continuación.

Heinzmann [12] aplicó la cromatografía de exclusión molecular para la determinación de la masa molar promedio en masa, M_w (valor promedio de la distribución en masa de diferentes componentes que constituyen el polímero) y promedio en número, M_n (suma de la masa de

todas las moléculas poliméricas dividido entre el número total de moléculas) de la nitrocelulosa, con el fin de obtener valores exactos de estos dos parámetros, además de profundizar en el conocimiento de la estructura de esta macromolécula. Con este fin, utilizó un sistema de detección triple, formado por una combinación de un detector de índice de refracción, otro de viscosidad y otro de dispersión de luz. Esta configuración permitió obtener información estructural y sobre masas molares (al igual que ocurre con los detectores convencionales utilizados en SEC, como son el detector del índice de refracción o ultravioleta), sin la necesidad de utilizar estándares externos. Se compararon las propiedades estructurales de estándares de poliestireno y varias muestras de nitrocelulosa mediante el gráfico Mark-Houwink (MHP). Esta gráfica, que relaciona la viscosidad intrínseca del polímero con M_w , permite la determinación de parámetros estructurales característicos del mismo. Los resultados obtenidos demostraron que la nitrocelulosa poseía una estructura más abierta y estirada que el poliestireno. Además, se calcularon los valores de M_w y M_n para muestras conocidas de nitrocelulosa con valores de masa molar de 240 y 440 kDa, obteniendo datos para la relación M_w/M_n de 238,5 / 112 kDa y de 443,8 / 102,2 kDa, respectivamente.

Macdonald [13] utilizó la técnica SEC con detección triple para la determinación de los valores de M_w y M_n de una muestra de nitrocelulosa. La distribución de masa molar medida para la muestra mediante la detección triple se comparó con la obtenida para una serie de polímeros estándar monodispersos, ya que, debido a la inexistencia de muestras monodispersas y bien caracterizadas de la propia nitrocelulosa, que son las necesarias para la obtención de los valores verdaderos de M_w de dicho polímero, se realizó una calibración utilizando diferentes estándares convencionales como son el poliestireno, polimetilacrilato y politetrahidrofurano. Se obtuvieron diferentes valores de M_w y M_n para la nitrocelulosa estudiada cuando se empleó la calibración obtenida a partir de los estándares convencionales y a partir de SEC con detección triple. Los resultados mostraron una dependencia de los valores de M_w y M_n con el tipo de estándar utilizado para la calibración, ya que, con los tres estándares utilizados se obtuvieron valores diferentes de estos parámetros para muestras idénticas. Los valores de M_w y M_n más próximos a los obtenidos mediante la detección triple se consiguieron cuando se utilizó politetrahidrofurano como estándar. La comparación entre el gráfico MHP de nitrocelulosa y poliestireno, puso de manifiesto, al igual que en el estudio de Heinemann [12], que la nitrocelulosa presentaba una mayor rigidez y un menor plegamiento de sus cadenas que el poliestireno. Este comportamiento se atribuyó a la

elevada viscosidad intrínseca de las muestras de nitrocelulosa estudiadas. Además, el autor utilizó la misma técnica cromatográfica para estudiar la influencia de la procedencia de la nitrocelulosa (pulpa de madera o algodón) en las propiedades del polímero. Los resultados mostraron como la nitrocelulosa virgen, fabricada a partir de algodón, presentaba un valor de M_w mayor que el de la fabricada a partir de pulpa de madera. Sin embargo, en el caso de nitrocelulosa extraída de un explosivo plástico, el valor más alto de M_w correspondía a la nitrocelulosa cuyo origen era la pulpa de madera. La diferencia de M_w se atribuyó al proceso de fabricación de los explosivos plásticos a partir de nitrocelulosa procedente de pulpa de madera.

Deacon y col.^[14] estudiaron la reproducibilidad en los valores de M_w y M_n obtenidos mediante SEC para muestras de nitrocelulosa con diferentes grados de nitración. Se obtuvo una mala reproducibilidad entre analistas, si bien, los análisis realizados por el mismo analista, durante un período de tres meses, fueron muy reproducibles. El estudio reveló también que los valores de M_w se veían influenciados por el grado de humedad de las muestras, ya que se obtuvieron valores menores de M_w para las muestras más secas. Posteriormente, se llevó a cabo un estudio de reproducibilidad interlaboratorio (nueve laboratorios localizados en ocho países diferentes)^[15], en el que se determinaron los valores de M_w y M_n en cuatro muestras de nitrocelulosa, con contenidos en nitrógeno comprendidos entre 11,6 y 13,5% (m/m). Todos los laboratorios utilizaron el mismo método analítico (STANAG 4178 Ed.2^[16]), basado en SEC con diferentes detectores (índice de refracción, viscosímetro, UV/Vis y/o dispersión de luz). Los resultados obtenidos mostraron una baja reproducibilidad en los valores de M_w y M_n obtenidos, debido principalmente, a los diferentes métodos de secado de la nitrocelulosa utilizados en cada caso y a la distinta definición, para cada laboratorio, de la línea base en los cromatogramas. A través de los resultados obtenidos en este trabajo se puso de manifiesto lo complicado que resulta obtener valores de M_w y M_n de elevada calidad para muestras de nitrocelulosa determinadas mediante SEC. La etapa del análisis a la que hay que prestar mayor atención es, de acuerdo a este estudio, el secado previo de la muestra.

El comportamiento de la nitrocelulosa en disolución se ha abordado mediante SEC con detección triple, en un trabajo realizado por Deacon y col.^[17] Este estudio se realizó midiendo los cambios en el índice de refracción, directamente proporcionales a los valores de M_w , de disoluciones de nitrocelulosa en tetrahidrofurano. Se utilizaron dos tipos de muestras, nitrocelulosa de alto contenido

y de bajo contenido en nitrógeno. De acuerdo con los resultados obtenidos, se observaron modificaciones en el valor de M_w , viscosidad e índice de refracción de las muestras durante todo el proceso de disolución, hasta que, en un momento dado (tiempo de disolución), se alcanzaron valores constantes para estos parámetros una vez completada la disolución. Además, se pusieron de manifiesto diferencias entre los valores de M_w debidas a cambios en la concentración de la disolución. En efecto, se demostró que cuando la concentración de una disolución de nitrocelulosa aumentaba, el valor de M_w se reducía. De acuerdo con esto, los verdaderos valores de M_w únicamente se podían obtener para disoluciones a baja concentración, exceptuando las muestras de nitrocelulosa de bajo M_w . Este comportamiento se explicó teniendo en cuenta que, cuando la concentración de la disolución aumentaba, se producía una reducción en el volumen hidrodinámico de las moléculas de nitrocelulosa, lo que provocaba la reducción del M_w . En el tiempo de disolución de la nitrocelulosa también influye el grado de nitración de este polímero. Curiosamente, para muestras con alto grado de nitración se llegó a la disolución completa a tiempos menores que para muestras de menor grado de nitración. Por ejemplo, para la muestra de nitrocelulosa altamente nitrada (contenido en nitrógeno del 12,6%), se necesitaron 72 horas para alcanzar su disolución total, en contraste con la nitrocelulosa de bajo grado de nitración (contenido en nitrógeno del 11,8%), que necesitó 168 horas.

En otros estudios realizados sobre el comportamiento de disoluciones de nitrocelulosa en tetrahidrofurano^[14, 15, 18, 19] se observó que, para muestras de nitrocelulosa con un contenido en nitrógeno del 11,8% a partir del séptimo día de disolución aproximadamente, M_w y el índice de refracción alcanzaron valores constantes (final del proceso de disolución). Además, como en el trabajo anterior de Deacon y col.^[17] las muestras con mayor contenido en nitrógeno necesitaron menores tiempos para alcanzar la disolución total. Debido a que la nitrocelulosa con propiedades explosivas presenta contenidos en nitrógeno superiores al 12%, en todos los trabajos se asumió el criterio de mantener las muestras siete días en tetrahidrofurano para garantizar la disolución total de la nitrocelulosa^[14, 15, 18, 19]. El perfil de los cromatogramas SEC de una muestra de nitrocelulosa (12,6% de contenido en nitrógeno) disuelta en este disolvente, permitió observar la existencia de algunos pre-picos de elución a un tiempo de 10 minutos, cuya intensidad relativa aumentaba con el tiempo de disolución de la muestra. Estos picos se atribuyeron a compuestos parcialmente nitrados, que podrían formarse durante el proceso de fabricación de la nitrocelulosa debido a la mezcla de moléculas de nitrocelulosa con dis-

tinto contenido en nitrógeno. Dichos compuestos tienden a agregarse para formar microgeles de elevada masa molar.

La cromatografía de exclusión molecular es útil, también, para estudiar el proceso de envejecimiento de la nitrocelulosa^[13,19]. Con este fin, Macdonald^[13] y Deacon y col.,^[19] sometieron varias muestras de nitrocelulosa, extraídas de explosivos plásticos, a un envejecimiento acelerado, a temperaturas que variaban desde 36 hasta 66 °C. Antes de realizar su análisis a temperatura ambiente, todas las muestras se disolvieron en tetrahidrofurano durante siete días. La conclusión más importante de estos estudios es que los valores más bajos de viscosidad intrínseca y M_w se obtuvieron para la nitrocelulosa envejecida, en comparación con la nitrocelulosa no envejecida.

Otros tipos de cromatografía líquida que se han empleado para estudiar la nitrocelulosa han sido:

- 1) La cromatografía líquida de alta resolución (HPLC), que se ha empleado para controlar un protocolo de aislamiento de la nitrocelulosa contenida en diferentes tipos de pólvoras^[9], para su determinación mediante la cuantificación de los nitritos y los nitratos obtenidos a partir de la hidrólisis básica de este polímero^[20] y para estudiar el efecto de sonolisis en la degradación de nitrocelulosa^[21].
- 2) La cromatografía iónica (IC), que se ha utilizado para determinar la nitrocelulosa a partir de los iones nitrato y nitrito obtenidos tras un proceso de hidrólisis alcalina de este compuesto^[22].

Recientemente López-López y col.^[9] realizaron el aislamiento de la nitrocelulosa contenida en pólvoras sin humo de simple base (nitrocelulosa con un 13,0% de contenido en nitrógeno), doble base (nitrocelulosa con 12,0 y 13,2% de contenido en nitrógeno) y triple base (nitrocelulosa con un contenido en nitrógeno desconocido), mediante un proceso de extracción secuencial basado en la utilización de varios disolventes orgánicos y agua como agentes extractantes. El metanol se seleccionó como primer extractante para todas las muestras, seguido de diclorometano, metanol y agua. Mediante HPLC con detección por diodos en serie (DAD) se determinó el número de extracciones sucesivas necesarias para cada disolvente. A modo de ejemplo, en la Figura 2 se observa que tres extracciones con metanol son suficientes para eliminar otros componentes de las pólvoras estudiadas (concentraciones de los mismos en los extractos por debajo de los límites de detección del método cromatográfico). Así, se pudo establecer un protocolo final que permi-

tía el aislamiento de nitrocelulosa en dos horas, aproximadamente, mediante la aplicación de tres extracciones con metanol seguidas de una extracción con diclorometano, otra extracción con metanol y una última extracción con agua, a temperatura ambiente (pólvoras de simple y doble base) o tres extracciones con agua a 75 °C, en el caso de las pólvoras de triple base.

Por otra parte, Christodoulatos y col.^[20] llevaron a cabo la determinación de nitrocelulosa (con un contenido en nitrógeno entre 12,2 y 13,5%) a través de la cuantificación, mediante HPLC con detección DAD, de los iones nitrito y nitrato generados durante la hidrólisis de la muestra. Se empleó una hidrólisis básica para degradar la nitrocelulosa hasta convertirla en una serie de compuestos de naturaleza orgánica e inorgánica, entre ellos, nitritos y nitratos. La hidrólisis se llevó a cabo con NaOH (al 15%, m/m) a diferentes temperaturas (30, 50, 70 y 90 °C). Se supuso que el rendimiento de la hidrólisis alcalina fue, aproximadamente, del 92% de la muestra de nitrocelulosa, mientras que el 8% restante se convirtió en otros compuestos o se perdió. La relación nitrito:nitrato, independientemente de las condiciones de hidrólisis aplicadas, fue siempre de 3:1. Un trabajo análogo, pero utilizando IC con detección conductimétrica, es el que realizaron MacMillan y col.^[22]. Estos autores prepararon muestras que contenían nitrocelulosa con un 12% de contenido en nitrógeno y arena limpia. Además, analizaron muestras reales de suelo, recogidas a diferentes distancias de un campo de tiro. Debido a la elevada complejidad de la matriz de nitrocelulosa, antes de llevar a cabo los análisis, las muestras se lavaron con agua y metanol, con el fin de eliminar el máximo número de especies contaminantes. Después se extrajo la nitrocelulosa con acetona. La nitrocelulosa extraída se sometió a un proceso de hidrólisis alcalina (NaOH 5 N durante 10 min). Los hidrolizados se neutralizaron con una corriente de CO₂ y, posteriormente, se disolvieron en agua. La concentración de nitrocelulosa en las muestras se calculó a partir de las concentraciones de nitritos y nitratos y del porcentaje en nitrógeno (conocido para las muestras patrón) de la nitrocelulosa. Se obtuvieron límites de detección bajos (10 mg kg⁻¹) para la determinación de la nitrocelulosa en suelo. Además, la comparación de los resultados obtenidos para las muestras patrón y las muestras reales mostró coherencia en los valores de concentración y recuperación de nitrocelulosa.

Por otra parte, se estudió mediante HPLC la nitrocelulosa sometida a un proceso de sonolisis^[21]. Se aplicaron ondas sonoras a dos tipos de muestras de nitrocelulosa. Se añadió agua a las dos muestras y se mantuvieron en un baño de ultrasonidos a diferentes frecuencias (20, 360 y 660 kHz). Para caracterizar las partículas liberadas

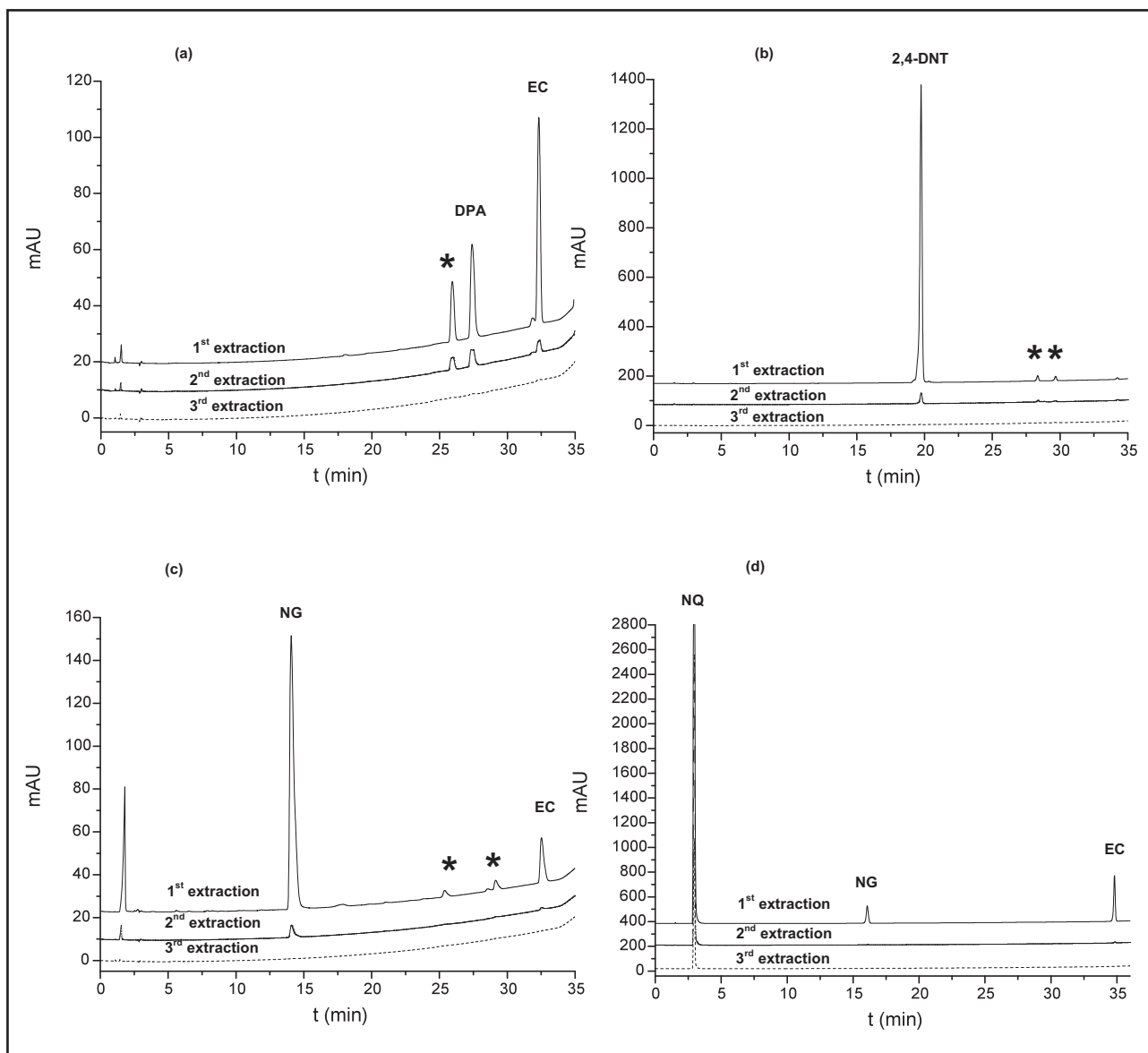


Figura 2. Cromatogramas obtenidos por HPLC-DAD de tres extractos producidos con metanol de forma sucesiva para una pólvora de simple base (13,0% N) (a), dos pólvoras diferentes de doble base (12,0 y 13,2% N) (b y c) y para una pólvora de triple base (%N desconocido) (d). La extracción se llevó a cabo con 3 mL de metanol a una temperatura de 45° C y sonicación durante 10 min. El sobrenadante obtenido se centrifugó (3450 g x 5 min) antes de inyectarse en el equipo. Condiciones empleadas en HPLC: columna ProntoSIL (C18, 250 mm x 6 mm, 5 µm); fase móvil A, agua y fase móvil B, metanol; gradiente de elución, desde 25 a 40% B en 10 min, desde 40 a 55% B en 10 min, desde 55 a 70% B en 10 min y desde 70 a 95% B en 7,5 min; velocidad de flujo, 1 mL min⁻¹; temperatura de la columna, 40° C. Detector DAD: 230 ± 2 nm con referencia a 550 ± 50 nm. Abreviaturas: DPA (difetilamina), EC (etilcentralita), NG (nitroglicerina), NQ (nitroguanidina), 2,4-DNT (2,4-dinitrotolueno). (*) Picos correspondientes a derivados de DPA [9].

durante la degradación de la nitrocelulosa se utilizó HPLC con detección UV-Vis a 254 nm. Los cromatogramas obtenidos mostraron señales que se atribuyeron a la presencia de nitritos, nitratos, o bien, a ambos compuestos iónicos (señales solapadas), lo que probaba que mediante sonolisis se degradaba la muestra de nitrocelulosa estudiada.

2.2. Cromatografía de gases

La principal aplicación de la cromatografía de gases en el análisis de nitrocelulosa se basa en el estudio de las propiedades térmicas de este polímero, a través de la observación de los productos desprendidos tras procesos de pirólisis o incineración. A continuación se indican varios ejemplos.

Campbell y col.^[23] estudiaron la descomposición térmica de nitrocelulosa con el fin de disminuir su grado de nitración hasta convertirla en un producto no peligroso. Durante el proceso de fabricación de la nitrocelulosa se generan una serie de residuos, entre ellos, nitrocelulosa de alto grado de nitración que presenta propiedades explosivas y dificultan el tratamiento de este polímero y su posterior reciclaje. En este trabajo se analizaron dos tipos de muestras, pulpa y fibra de nitrocelulosa, con contenidos en nitrógeno del 13,5 y del 13,1%, respectivamente. Las muestras se sometieron a tratamiento térmico, a tres temperaturas diferentes (130, 140 y 150 °C). Los resultados obtenidos pusieron de manifiesto que el contenido en nitrógeno de la nitrocelulosa disminuía más rápidamente al aplicar la temperatura más alta (150 °C). Además, se comprobó que la aplicación de una corriente de aire (lo que implica la presencia de una atmósfera de O₂) o la presencia de agua durante el proceso de degradación no modificaban la velocidad de descomposición térmica del polímero. Sin embargo, la representación de la pérdida de masa en función del contenido en nitrógeno de las distintas muestras, resultó tener un interés especial, como consecuencia de una pérdida de masa experimental superior a los valores teóricos correspondientes a la eliminación de todos los grupos nitro presentes en la nitrocelulosa. Esta observación condujo a los autores a pensar en la posibilidad de que estaban teniendo lugar procesos de degradación estructural simultáneos a la degradación térmica. Esto se confirmó por cromatografía de gases (GC), ya que se detectó la presencia de CO₂ cuando no existían otras fuentes de carbono en la atmósfera de estudio diferentes a la propia nitrocelulosa. Después de llevar a cabo el proceso de degradación térmica, los autores realizaron una serie de pruebas de estabilidad de las muestras, que demostraron su degradación y su conversión en materiales no explosivos. A pesar de la posibilidad de

poder realizar una degradación térmica de la nitrocelulosa, empleando la temperatura más elevada, esta es una estrategia muy peligrosa debido a la más que probable explosión de las muestras. Sin embargo, una reducción de la temperatura por debajo de 150 °C aumentaba drásticamente el tiempo de descomposición, haciendo inviable el proceso a nivel industrial.

Kato y col.^[24] estudiaron el mecanismo de combustión de la nitrocelulosa (con un contenido en nitrógeno del 12%) durante su almacenamiento isotérmico a 119,85 °C. Para ello, se almacenó la nitrocelulosa durante 35 horas, a una temperatura de 119,85 °C y en una atmósfera formada por 4,7% (v/v) NO₂/aire, o bien en otra atmósfera formada por la mezcla O₂/N₂ (aire seco), con diferentes valores de presión parcial de O₂. Después de dicho almacenamiento, se analizaron los gases presentes en cada una de las atmósferas mediante GC. Los resultados obtenidos para la muestra almacenada en la atmósfera de aire seco mostraron una disminución en la presión de O₂, además de la generación de calor. Estos hechos sugirieron la existencia de un mecanismo de autooxidación, con una cinética de primer orden con respecto a la disminución de O₂. Durante el almacenamiento de nitrocelulosa en la atmósfera compuesta por NO₂/aire, se midieron valores de calor generado (450 J g⁻¹), similares a los obtenidos en la atmósfera de aire seco (460 J g⁻¹). Además, se comprobó que el calor desprendido dependía, de manera lineal, del tiempo de almacenamiento en los dos tipos de atmósferas. Por otro lado, los valores para la constante de velocidad y para el tiempo de inducción mostraron diferencias significativas en función de la atmósfera en la que tuvo lugar el proceso. Así, en la atmósfera NO₂/aire la constante de velocidad fue de 1,5x10⁻⁴ s⁻¹, mientras que en la atmósfera de aire seco esta constante fue de 7,7x10⁻⁵ s⁻¹. El periodo de inducción se redujo para la atmósfera de NO₂, en comparación con la de aire seco, desde 9,2 a 3,4 horas. Para explicar estos resultados los autores propusieron la existencia de un mecanismo de combustión espontáneo donde el NO₂ presentaba una fuerte influencia en el proceso de iniciación, pero poca relevancia en la reacción de autooxidación. Este mecanismo se comprobó al observar que un aumento en la cantidad de nitrocelulosa (que supone un aumento del contenido en NO₂ en el medio) generaba una disminución del tiempo de inducción, sin conducir a modificaciones en la cantidad de calor desprendido.

Cropek y col.^[25] estudiaron, mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS), los productos de pirólisis de un propulsor de doble base compuesto por nitrocelulosa y nitroglicerina. Además de la nitrocelulosa (con un contenido en nitrógeno del 13,4%), se investigaron el resto de componentes conteni-

dos en el propulsor de forma independiente. Una vez registrados todos los datos, se realizó una comparación de los resultados obtenidos individualmente para cada componente con el resultado obtenido para el propulsor comercial. Debido a la gran diversidad de masas obtenidas para los subproductos tras el proceso de pirólisis, se estudiaron dos configuraciones de GC: una para gases de baja masa molar (LMW, light molecular weight) y otra para gases de alta masa molar (HMW, heavy molecular weight). Las principales señales observadas en el pirograma correspondiente al propulsor, en configuración LMW, fueron de CO, NO, CO₂ y H₂O (que suponían ≈ 70% del área total); mientras, que en la configuración HMW, las principales señales correspondían a gases ligeros (suponían ≈ 90% del área total) no identificados (Figura 3). Comparando los pirogramas obtenidos para el análisis del propulsor de doble base y el de nitrocelulosa analizada individualmente (no mostrados), se observó que, aproximadamente el 50% de los productos procedían de la nitrocelulosa mientras que 25 productos eran comunes en ambas muestras y procedían de otras fuentes. Las señales recogidas en el pirograma del propulsor para C₂H₄O₂ y C₃H₄O₂ (modo LMW y HMW, respectivamente) presentaban un especial interés porque sólo se observaron en el pirograma de nitrocelulosa, lo que indicaba que su presencia se debía únicamente a que dicho compuesto se encontraba presente en la composición del propulsor. Además, este estudio permitió determinar qué productos se generaban durante la descomposición del propulsor y cuáles se formaban mediante las reacciones posteriores entre los gases de descomposición.

3. CONCLUSIONES

A pesar de que el descubrimiento de la nitrocelulosa tuvo lugar hace ya casi doscientos años, actualmente no existen metodologías analíticas que permitan su determinación, con elevada exactitud y precisión, como componente de explosivos. De hecho, las principales dificultades en el análisis de este polímero se deben a su elevada masa molar, su complejidad estructural y su comportamiento inusual en disolución. El análisis de nitrocelulosa de alto contenido en nitrógeno (≥ 12%), utilizada en la fabricación de explosivos, en particular para las pólvoras sin humo (también denominadas pólvoras homogéneas o de base nitrocelulósica), presenta un gran interés militar, ya que éstas deben estar filiadas, es decir, debe conocerse su composición de la forma más precisa y exacta posible.

La mayoría de estudios de determinación de nitrocelulosa con alto contenido en nitrógeno se realizan mediante cromatografía de líquidos o de gases.

La cromatografía de líquidos, en sus formatos de cromatografía de exclusión molecular (SEC), cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC) y cromatografía iónica (IC), se ha empleado para determinar o caracterizar la nitrocelulosa. De hecho, mientras que HPLC e IC se han empleado para la determinación de los nitratos y nitritos generados en la hidrólisis de la nitrocelulosa, SEC ha sido la técnica cromatográfica de líquidos más empleada con fines a la caracterización de este polímero y ha permitido la determinación de parámetros asociados a las propiedades físico-químicas del mismo, tales como su masa molar y la viscosidad e índice de refracción de la nitrocelulosa en un disolvente adecuado.

La cromatografía de gases (GC), acoplada o no a la espectrometría de masas (GC-MS) se ha aplicado, principalmente, al estudio de la descomposición de nitrocelulosa por medio de procesos térmicos (pirólisis).

De todos los estudios realizados hasta el momento se deduce que son necesarias técnicas de separación que permitan la determinación de nitrocelulosa intacta para obtener una información de la misma lo más completa posible. De hecho, el grupo investigador, trabaja en la actualidad en las posibilidades que ofrece la electroforesis capilar para la determinación de nitrocelulosa intacta.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación (MICCIN) el proyecto CTQ2008-00633-E. M^a Ángeles Fernández de la Ossa agradece a la Universidad de Alcalá su beca de investigación.

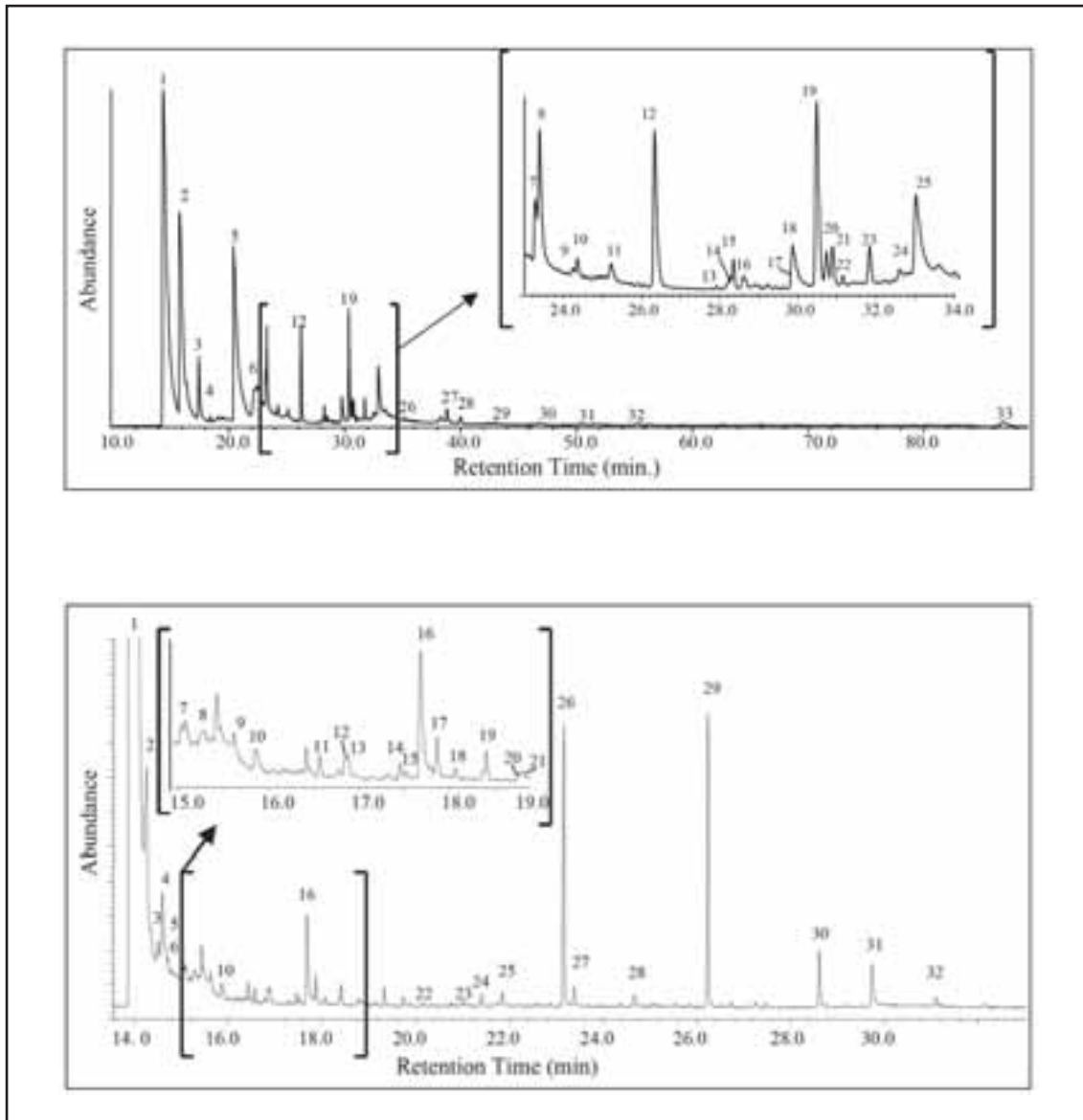


Figura 3. Pirogramas obtenidos para un propulsor de base nitrocelulósica (con nitrocelulosa con un contenido en nitrógeno del 13,4%) en modo LMW (**superior**) y en modo HMW (**inferior**). Condiciones empleadas en GC-MS: Columna GC, 50 m x 0,32 mm d.i. x 10 μ m. Horno GC, comienzo a 40 °C durante 13 minutos, rampa desde 200 °C a una velocidad de calentamiento 10 °C min^{-1} y mantenimiento a 200 °C durante 60 minutos. Puerto de inyección a 200 °C. Detector a 280 °C. Detector MS, registro desde 10 a 400 amu. La identificación de las señales de los productos de la pirólisis se realizó por comparación con datos bibliográficos obtenidos para estándares analizados mediante MS. Identificación de picos: (**Superior**) Pico 1: CO, NO (34,3% del área total de pico); pico 2: CO₂ (18,7% del área total de pico) y pico 5: H₂O (16,1% del área total de pico). (**Inferior**) Pico 1: gases de bajo masa molar no identificados (89,9% del área total de pico) [25].

REFERENCIAS

- ^[1] D. L. Nelson, M.M. Cox, *Lehninger Principios de Bioquímica*. Capítulo 7 (235-270), Omega, Barcelona, España, **2009**. ISBN: 978-8428214865.
- ^[2] M. Monforte, *Las Pólvoras y sus Aplicaciones*, vol. 1, Capítulo 10 (304-360), Unión Española de Explosivos S.A., **1992**.
- ^[3] C.W. Saunders, L.T. Taylor, *A review of the synthesis, chemistry and analysis of nitrocellulose*, *J. Energ. Mater.*, **8** (1990) 149-203.
- ^[4] Nitrocellulose. (2008). Tomado de http://www.dow.com/dowwolff/en/pdfs/vNC_Broschure_Jan08.pdf en Julio de 2009.
- ^[5] R. Rasines Ladero, M. López López, M. Torre Roldán, C. García Ruiz, *Nitrocelulosa en explosivos: propiedades y caracterización química*, *Anales de Química*, **4** (2009) 265-270.
- ^[6] Tomado de <http://chemistry.about.com/od/famous-chemists/p/paul-vieille-bio.htm> en Septiembre de 2009.
- ^[7] J. Akhavan, *The Chemistry of Explosives*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Reino Unido, **2004**. ISBN: 978-0854046409.
- ^[8] C. Selwitz, *Cellulose Nitrate in Conservation*. The Getty Conservation Institute, **1998**. ISBN: 0-89236-098-4.
- ^[9] M. López-López, M.A. Fernández de la Ossa, J. Sáiz Galindo, J.L. Ferrando, A. Vega, M. Torre, C. García-Ruiz, *New protocol for the isolation of nitrocellulose from gunpowders: Utility in their identification*, *Talanta*, **81** (2010) 1742-1749.
- ^[10] N. Ouellet, S. Brochu, L. Lussier, *Application of partial least-squares quantitative analysis of infrared spectroscopic data to low-vulnerability ammunition propellant powders*, *Appl. Spectrosc.*, **56** (2002) 125-133.
- ^[11] C. Cruces-Blanco, L. Gamiz-Gracia, A.M. Garcia-Campaña, *Applications of capillary electrophoresis in forensic analytical chemistry*, *Trends Anal. Chem.*, **26** (2007) 215-226.
- ^[12] G. Heinzmann, *Nitrocellulose analysis by advanced GPC multidetection techniques*, *Int. Annu. Conf. ICT*. 33rd, **58** (2002) 1-5.
- ^[13] A.F. Macdonald, *The characterization of nitrocellulose by triple detector gel permeation chromatography*, *Int. Annu. Conf. ICT*. 34th, **126** (2003) 1-10.
- ^[14] P. Deacon, A. Macdonald, P. Gill, N. Mai, M. Bohn, H. Pontius, *A round robin evaluation of the nitrocellulose gel permeation chromatography method proposed for STANAG 4178 (Ed. 2)*, *Int. Annu. Conf. ICT*. 39th, **68** (2008) 1-12.
- ^[15] P. Deacon, A. MacDonald, P. Gill, N. Mai, M.A. Bohn, H. Pontius, M. van Hulst, W. de Klerk, C. Baker, *An update on the round robin test to evaluate the nitro-cellulose size exclusion chromatography method in STANAG 4178 (Ed.2)*, *Int. Annu. Conf. ICT*. 40th, **81** (2009) 1-14.
- ^[16] NATO STANAG 4178 (Ed.2) *Test Procedures for Assessing the Quality of Deliveries of Nitrocellulose from one NATO Nation to Another*. Military Agency for Standardization, NATO Headquarters, Bruselas, Bélgica, **2009**.
- ^[17] P.R. Deacon, R.N. Garman, A.F. Macdonald, C.A. Baker, *The investigation of nitrocellulose solution chemistry by size exclusion chromatography*, *Int. Annu. Conf. ICT*. 37th, **151** (2006) 1-7.
- ^[18] J.M. Bellerby, P.R. Deacon, P.P. Gill, *Whole life assessment of Nitrocellulose in double base rocket propellants*, *Int. Annu. Conf. ICT*. 37th, **71** (2006) 1-11.
- ^[19] P.R. Deacon, G.R.A. Kennedy, A.L. Lewis, A.F. Macdonald, *The application of gel permeation chromatography to the investigation of the ageing processes of nitrocellulose*, *Symp. Chem. Probl. Connected Stab.Explos. (Proc.)*, **12th** (2004) 195-204.
- ^[20] C. Christodoulatos, T. Su, A. Koutsospyros, *Kinetics of the alkaline hydrolysis of nitrocellulose*, *Water Environ. Res.*, **73** (2001) 185-191.
- ^[21] D. Cropek, B. Dankowski, *Sonolysis of nitrocellulose fines*, ERDC/CERL TR-0014, May 2000; Tomado de http://www.cecer.army.mil/TechReports/cropek_sonolysis_NCfines/cropek_sonolysis_NCfines.pdf en Enero de 2010.
- ^[22] D.K. MacMillan, C.R. Majerus, R.D. Laubscher, J.P. Shannon, *A reproducible method for determination of nitrocellulose in soil*, *Talanta*, **74** (2008) 1026-1031.
- ^[23] R.K. Campbell, D.L. Freedman, B.J. Kim, *Treatment of nitrocellulose by thermal decomposition*, *Environ. Eng.* 1999, *Proc. ASCE-CSCE Natl. Conf.* (1999) 246-253.
- ^[24] K. Katoh, L. Le, M. Kumasaki, Y. Wada, M. Arai, M. Tamura, *Study on the spontaneous ignition mechanism of nitric esters (I)*, *Thermochim. Acta.*, **431** (2005) 161-167.
- ^[25] D.M. Cropek, P.A. Kemme, J.M. Day, *Pyrolytic Decomposition Studies of AA2, a double-base propellant*, ERDC/CERL TR-01-66, October 2001; tomado de http://owww.cecer.army.mil/techreports/Cropek_Pyrolysis_Decomposition/Cropek_Pyrolysis_decomposition.pdf en Enero de 2010.

NOTICIAS DE LA SECyTA

13^{as} JORNADAS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL



Las 13^{as} Jornadas de Análisis Instrumental (JAI) tendrán lugar en Barcelona, en el marco de EXPOQUIMIA, del 14 al 16 de noviembre de 2011 en el Recinto de *Fira de Barcelona* Gran Vía 2.

Estas jornadas ofrecen una oportunidad única para evaluar las últimas novedades y avances en instrumentación, comparar equipos, participar en demostraciones, presentar y discutir tanto los próximos retos en el ámbito de la instrumentación analítica como nuevas soluciones y alternativas a los problemas actuales mediante un programa científico competitivo y sugerente. Además, ofrecen un foro perfecto para interactuar con expertos y para potenciar colaboraciones entre el sector científico y el tecnológico. Un encuentro único entre los distintos sectores en el marco de la exposición instrumental.

Estas jornadas tienen el objetivo de revitalizar el intercambio, la reflexión y el encuentro, promoviendo una gran participación para lograr el impacto que la Química Analítica se merece en una sociedad que aspira al conocimiento, a la innovación y a la sostenibilidad.

ORGANIZACIÓN

El programa científico de las 13^{as} Jornadas estará organizado por la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA) en colaboración con la:

- Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA).
- Sociedad de Espectroscopia Aplicada (SEA).
- Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM).
- Sociedad Española de Proteómica (SEProt).

METODOLOGÍAS Y ESPECIALIDADES

El contenido científico de las 13^{as} JAI plantea y recoge los avances, retos y fronteras en la instrumentación analítica. Para ello, se ha articulado un programa científico con conferencias plenarias que versarán sobre: biociencia, herramientas analíticas en nanociencia, técnicas de ionización a presión atmosférica, nuevas fuentes de luz en espectrometría analítica y estrategias para la multidetección simultánea. Otros muchos aspectos de la Química Analítica y el Análisis Instrumental se recogerán a través de “keynotes”, “flash-presentations” y sesiones dedicadas a los pósters.

COMITÉ CIENTÍFICO

- Presidenta:** Elena Domínguez (UAH-SEQA)
Vicepresidente: Joan O. Grimalt (CSIC-SECyTA)
Secretario: Enrique Barrado (UVA-SEQA)
Vocales: Damià Barceló (CSIC-SEEM)
Marcelo Blanco Romía (UAB-SEQA)
Juan Cacho Palomar (Unizar-SEQA)

Carmen Cámara (UCM-SEQA)
 Lourdes Cantón (UPV-SECyTA)
 Rafael Cela (USC-SEQA)
 Víctor Cerdà (UIB-SEQA)
 Fernando J. Corrales (SEProt)
 M. Teresa Galceran (UB-SEQA)
 María José González Carlos (CSIC-SECyTA)
 Jesús Hernández Méndez (USal-SEQA)
 Santiago Maspoch (UAB-SEA)
 Antonio Molina (UJaen-SEQA)
 Arsenio Muñoz de la Peña (UEX-SEQA)
 Alfredo Sanz-Medel (Uniovi-ABC)
 Yolanda Picó (UV-SECyTA)
 José Manuel Pingarrón (UCM-SEQA)
 Xavier Rius (URV-SEQA)
 Miguel Valcárcel (UCo, DAC-EuCheMS)

COMITÉ ORGANIZADOR

Presidenta: Elena Domínguez (UAH-SEQA)
Vicepresidenta: M. T. Galcerán (UB-SEQA)
Secretarios: Javier Santos (UB-SECyTA)
 Enrique Barrado (UVa-SEQA)
Tesorero: José Luis Pérez Pavón (Usal)
Vocales: Joan O. Grimalt (CSIC-SECyTA)
 Esteban Abad (CSIC-SEEM)
 Bartolomé Simonet (UCo)
 Arantxa Narváez (UAH)
 José Luis Luque (UCM)
 Elena Ibáñez (CSIC-SECyTA)

CONFERENCIANTES INVITADOS

Prof. R. Graham Cooks

Dept. of Chemistry, Purdue University, West Lafayette, USA.

“Miniature mass spectrometers and ambient ionization: Instrumentation and applications in tissue imaging, disease diagnostics, food & public safety”

Prof. Richard M. Crooks

Department of Chemistry and Biochemistry. The University of Texas at Austin. USA

“Bipolar electrodes: fundamentals, sensing, and concentration enrichment in microelectrochemical systems”

Prof. Luis M. Liz-Marzan

Departamento de Química Física y Unidad Asociada CSIC-Universidad de Vigo, Vigo, España

“Ultrasensitive analysis using metal nanoparticles”

Prof. Stephen R. Leone

Department of Chemistry, University of California and Lawrence Berkeley National Laboratory. USA

“Advanced light sources for analytical spectroscopy: From X-rays to attoseconds”

Prof. Pier Giorgio Righetti

Department of Chemistry, Materials and Chemical Engineering. Politecnico di Milano, Italy

“The proteome Argonauts: conquering the “golden fleece” of alcoholic beverages and soft drinks via combinatorial peptide ligands”

Dr. Joan Albaigés

Departamento de Química Medioambiental del Consejo Superior de Investigaciones Científicas-CSIC. Barcelona, España

“The characterization of oil spills: a challenges for analytical chemistry”

Dr. Manuel Fuentes García

Centro de Investigación del Cáncer (CIC-IBMCC). Salamanca

“Protein chips in biomarker & drug discovery”

Dra. Francisca Mulero

Unidad de la imagen molecular. Programa Biotecnológico. Centro Nacional Español de Investigación del Cáncer (CNIO) Madrid

“PET-CT in preclinical cancer research”

Prof. Cristina Nerín

Departamento de Química Analítica. Universidad de Zaragoza

“Influence of packaging on food safety: Analytical challenges”

Dr. Jordi Segura Noguera

IMIM - Instituto de Investigación del Hospital del Mar, Barcelona

“Antidoping control, cross road between Chemistry and other Life Sciences”

PUBLICACIÓN DE LAS COMUNICACIONES

El libro de Resúmenes se publicará y distribuirá entre los participantes junto con el Programa Definitivo. Como en ediciones anteriores, las comunicaciones se podrán publicar en las revistas especializadas: Analytical and Bioanalytical Chemistry y Journal of Chromatography. En todos los casos deberán superar el proceso de revisión de la revista correspondiente. En la página web de las JAI (<http://www.barter.es/JAI/com.html>) se indicarán las instrucciones de envío de los manuscritos.

PREMIOS

El Comité Científico, en colaboración con las Sociedades participantes y con las casas comerciales, otorgará premios a las mejores contribuciones en distintos temas. Las normas para acceder a los mismos se facilitarán en la página web <http://www.barter.es/JAI/com.html>

BECAS

Expoquimia junto con las sociedades organizadoras de las 13^{as} JAI, SEQA, SECYTA, SEA, SEEM y SEPROT concederán Becas para la participación de estudiantes de tercer ciclo y jóvenes investigadores en las Jornadas. La Beca consistirá en la inscripción al evento (170 Euros) y, para los residentes fuera de Barcelona, una ayuda de viaje. Los solicitantes deben cumplir con los siguientes requisitos generales:

- Estar inscrito en las 13^{as} JAI y haber satisfecho la cuota de inscripción (170 Euros).
- Haber presentado una comunicación a las 13^{as} JAI aceptada por el Comité Científico.
- Ser miembro de una de la Sociedades Participantes (SEQA, SECyTA, SEEM, SEA, o SEProt) y estar avalado por un socio numerario de las mismas, también inscrito en el evento.
- Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o un Trabajo de Investigación de Máster o equivalente en un Centro de Investigación.
- No ser miembro de la plantilla laboral permanente del Centro de Investigación o Universidad.

En la página web (<http://www.barter.es/JAI/becas.html>) se indicará el modelo de solicitud necesario para solicitar la beca. La fecha límite para presentar la solicitud es el 30 de junio de 2011.

ACTIVIDADES DE SOCIEDADES Y GRUPOS ORGANIZADORES

- Asamblea de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA)
- 11^a Asamblea General de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) (XL-GCTA)
- Asamblea de la Sociedad de Espectroscopía Aplicada (SEA)

SECRETARÍA CIENTÍFICA DEL CONGRESO

Secretaría Científica del Congreso:

Barter Consultoría de Ferias y Congresos
 Rambla Catalunya, 110 - Barcelona
 Tel: +34 93 409 74 84
 e-mail: jai@barter.es
 website: <http://www.barter.es/>
 Contacto: Anna Verdú

INSCRIPCIÓN

	Antes del 30/09/2011	Después del 01/10/2011
Cuota general	500 €	565 €
SEQA, Socios de Sociedades Organizadoras	375 €	445 €
Expositores de Expoquimia	375 €	445 €
Estudiantes (Cuota reducida)*	170 €	185 €

*La cuota reducida está dirigida a estudiantes de tercer ciclo y jóvenes investigadores. Para poder acogerse a esta cuota deberán ser miembros de alguna de las sociedades organizadoras.

La cuota de inscripción incluye:

- Derecho a presentar una comunicación (previa aceptación por el Comité Científico).
- Comidas y cafés.
- Portafolios conteniendo programa científico, resúmenes de las contribuciones científicas, y lista de participantes.
- Libre acceso a EXPOQUIMIA.

Cierre el círculo de sus soluciones analíticas



Bruker la respuesta a sus retos analíticos

Desde hace más de 50 años, Bruker es pionera en tecnologías analíticas innovadoras que aportan soluciones a sus problemas reales. Conocida por la alta fiabilidad y prestaciones de sus equipos en las circunstancias más exigentes. Bruker amplía su gama de soluciones para el laboratorio analítico, con nuevos equipos en ICP-MS, GC-MS/TQ, LC-MS, GC, Software, Columnas Bruker GC-Care y consumibles. Con un amplio equipo de profesionales de soporte técnico, aplicaciones y ventas en España, ahora más que nunca Bruker es su socio tecnológico para sus retos analíticos.

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 48 34 / 4080
Fax. 91/ 656 62 37

info-bcad-spain@bruker.com

GC, GCMS, ICPMS & LCMS

INSTRUCCIONES PARA LA INSCRIPCIÓN

La inscripción se debe realizar a través del formulario que aparece en el apartado Cuotas e Inscripción de la web de las 13^{as} JAI: <http://www.barter.es/JAI/index.html>

FECHAS CLAVE

30/06/2011: Fecha límite envío de Resúmenes.
20/07/2011: Comunicación de trabajos aceptados.
30/09/2011: Fecha límite cuota reducida.

14/11/2011: Inauguración de las 13^{as} JAI
Inauguración de EXPOQUIMIA (www.expoquimia.com) EQUIPLAST (www.equiplast.com) y EUROSURFAS (www.eurosurf.com)
16/11/2011: Clausura de las 13^{as} JAI.
Entrega de Premios.
Cóctel de despedida.

NUEVOS SOCIOS (DEL 13-12-2010 AL 07-06-2011)

1594
Pablo de la Iglesia González
Institut de Recerca i Tecnologia Agroalimentàries (IRTA)
Carretera de Poble Nou Km 5.5
43870-Amposta (Tarragona)

1595
Manuel Lolo Aira
Applied Mass Spectrometry Laboratory S.L.
Avda. da Coruña 490, Pta. Baja
27003-Lugo

1596
Sonia Gómez Lavín
Servicios Científico-Técnicos de Investigación (SCTI).
Universidad de Cantabria
Edificio de Laboratorios de I+D, Planta- 4
Plaza de la Ciencia s/n - Avda. de los Castros
39005-Santander (Cantabria)

1597
Ana María Ares Sacristán
Departamento de Química Analítica.
Facultad de Ciencias
Universidad de Valladolid
C/ Doctor Mergelina s/n
47011-Valladolid

1598
Alina Astefanei
Departamento de Química Analítica.
Facultad de Química
Universidad de Barcelona
C/ Martí i Franquès 1-11, 3º
08028-Barcelona

1599
Carmen Muñoz-Quirós Huertas
C/ Reina Cristina 17
13610-Campo de Criptana (Ciudad Real)

1600
Carlos Martín Alberca
Departamento de Química Analítica e Ingeniería Química
Facultad de Química (Edificio de Ciencias). Laboratorio del Instituto Universitario de Investigación en Ciencias Policiales (IUICP)
Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600
28871-Alcalá de Henares (Madrid)

1601
María Rosa Boleda Vall-Llovera
Aguas de Barcelona (AGBAR)
C/ General Batet 5-7
08028-Barcelona

1602
Raquel Hernández Prieto
Travesera Fray Diego Alonso, 2, 3ºB
24750-La Bañeza (León)

1603
María Mateos Vivas
C/ Adolfo Maíllo, 34
10680-Malpartida de Plasencia (Cáceres)

1604
Lara Pérez Martín
C/ Maestro Chapí 2-4, 4º dcha.
37008-Salamanca



CURIOSIDADES ANALÍTICAS

Queridos lectores,

Os seguimos animando a que participéis en esta sección, enviándonos algunos aspectos o problemas que se os hayan presentado en vuestro trabajo del día a día. Os recordamos que el objetivo principal es que todos veamos los problemas que pueden surgir con la Cromatografía y que no nos sorprendamos de si nos ocurre algo similar.

El Comité Editorial

COMPUESTOS INESPERADOS EN EL ANÁLISIS DE TRAZAS POR GC-MS

COMPUESTOS INESPERADOS EN EL ANÁLISIS DE TRAZAS POR GC-MS

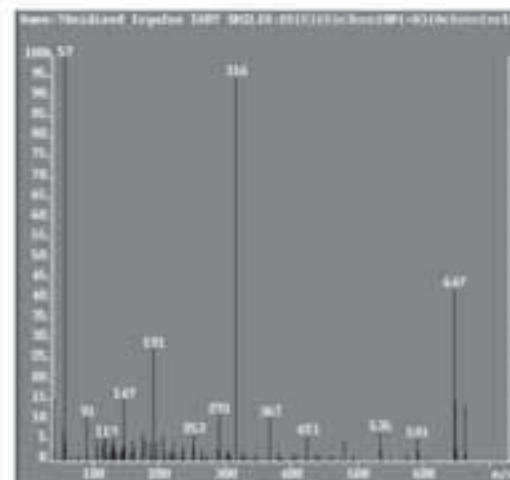
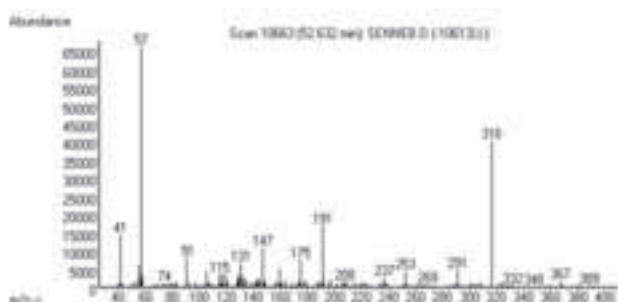
En los análisis mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS), las muestras diluidas se guardan a veces en viales de plástico inerte, de precio reducido. El plástico puede contener compuestos de peso molecular bajo o medio que en parte pasan a la muestra, aunque generalmente en cantidades tan bajas que resultan indetectables en su posterior análisis. Sin embargo, en el caso de muestras muy diluidas, en las que la determinación de sus componentes requiere concentración de la solución e inyección en el cromatógrafo de gases sin división de flujo, los aditivos del plástico pueden aparecer en el cromatograma.

Esto ocurrió en nuestro laboratorio en un análisis por GC-MS (analizador de cuadrupolo) de extractos de muestras vegetales, en el que un pico del final del cromatograma mostraba un espectro de masas cuya característica más sorprendente era el fragmento más intenso del espectro, que aparecía a m/z 316, y que no mostraba las típicas señales isotópicas a m/z 317 y 318.

En espectrometría de masas de compuestos orgánicos, prácticamente todos los fragmentos de masa nominal M dan lugar a iones a m/z $M+1$ y $M+2$, debido a que contienen átomos de C, O o H, que están presentes en sus distintas formas isotópicas. La señal aislada a m/z 316 es por tanto una anomalía de difícil explicación.

La búsqueda en bibliotecas de espectros no permitió la identificación del compuesto causante de esta fragmentación. Recurriendo al buscador de páginas Web de Google, se encontró en un foro de discusión una explicación del caso.

El compuesto causante es el fosfato de tris(2,4-di-*tert*-butilfenilo), un producto de oxidación del Irganox 168 que se emplea como aditivo antioxidante en diversos polímeros. Su espectro de masas tiene como iones más importantes el molecular (m/z 662) y la pérdida de un metilo (m/z 647), que no se observaron experimentalmente debido a un más limitado intervalo de adquisición de masas.





La señal a m/z 316 es debida a un ión de masa 632, que procede del ión molecular por la pérdida independiente de dos metilos, lo que da lugar a que adquiera una carga doble. Esta fragmentación poco usual se ve favorecida por la presencia de seis grupos *tert*-butilo unidos a un anillo aromático, y por la amplia separación entre ambos en la molécula.

Este ión debería presentar un pico isotópico con carga doble a masa 633, al que correspondería una señal a m/z 316.5. Sin embargo, al tratarse de un analizador de cuadrupolo, se integran juntas las señales que aparecen en ventanas de una unidad de masa, con lo que su señal se añade en la representación a la relación m/z del 316, dando lugar a la aparente falta de señales isotópicas.

En ensayos en blanco utilizando cloruro de metileno y utilizando un mayor intervalo de masas en la adquisición han aparecido otros compuestos de elevado peso molecular y estructura relacionada, entre los que se encuentran otros aditivos como el Irgafox 168 y el Irganox 1076.

El hecho descrito pone de manifiesto, no sólo la posibilidad de introducir contaminantes con el material de uso común en el laboratorio, sino también ciertas carencias del software de adquisición y tratamiento de datos para GC-MS, cuando aparecen iones que podríamos llamar *atípicos*.

Jesús Sanz Perucha

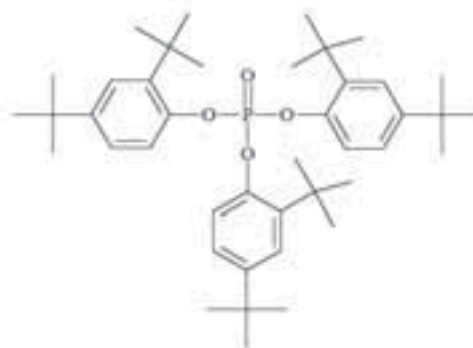
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)

Email: iqojs02@iqog.csic.es

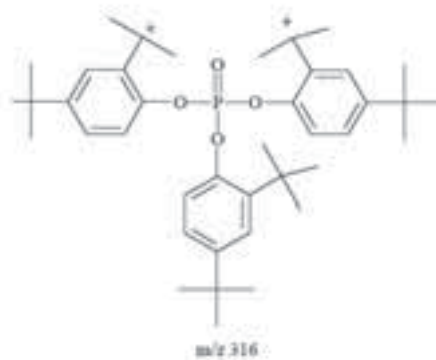
Jesús E. Quintanilla

Instituto de Química Orgánica General (CSIC)

Email: je.quintanilla@iqog.csic.es



Molecular Weight = 662
Molecular Formula = C₄₂H₆₀O₄P



m/z 316


Deje que su trabajo fluya.

El sistema Milli-Q® Integral pone en su mano agua purificada y ultrapura.

- El concepto POD (punto de suministro) dual ahorra espacio convenientemente.
- Reduce gastos de mantenimiento y de agua gracias a la exclusiva tecnología Elix®.

Más información www.millipore.com/ultrapure



Merck Millipore is a division of  **MERCK**





CALENDARIO DE ACTIVIDADES

Como todos vosotros sabéis, durante el 2011 se viene celebrando el “**Año Internacional de la Química (AIQ)**” cuyo lema es “*Química: nuestra vida, nuestro futuro*”. Esta conmemoración está permitiendo llevar a cabo actividades en todo el mundo con el objetivo principal de concienciar a la Sociedad sobre las contribuciones de esta ciencia al bienestar de la humanidad. Desde el Boletín de la SECyTA, queremos ser partícipes de este importante evento. A continuación se indica una serie de páginas web que recogen algunas de las múltiples actividades que están teniendo lugar tanto a nivel internacional como nacional.

<http://www.chemistry2011.org/participate/events>
<http://www.fundacionquimica.org/agenda.php?idAgenda=6>
<http://www.quimica2011.es/>

- 1. III Reunión Nacional de Dioxinas, Furanos y Compuestos Orgánicos Persistentes Relacionados.**
30 de junio y 1 de julio de 2011
Santander (España)

fltqcongresos@gestion.unican.es
www.dioxinas.unican.es
- 2. PREP 2011: 24th International Symposium.**
Del 10 al 13 de julio de 2011
Boston, MA (EEUU)

janetbarr@aol.com
<http://www.prepsymposium.org>
- 3. Chirality 2011: 23rd International Symposium on Chiral Discrimination.**
Del 10 al 13 de julio de 2011
Liverpool (Reino Unido)

chir2011@liverpool.ac.uk
<http://www.liv.ac.uk/chirality-2011>
- 4. 2nd International Congress on Analytical Proteomics.**
Del 18 al 21 de julio de 2011
Orense (España)

proteomass@proteomass.org
<http://www.bioscopegroup.org/>
- 5. ICAAPP 2011: 12th International Congress on Amino Acids, Peptides and Proteins.**
Del 1 al 5 de agosto de 2011
Pekín (China)

gert.lubec@meduniwien.ac.at
<http://conf2011.bplaced.net>
- 6. 9th IWA Symposium on Off-Flavours in the Aquatic Environment.**
Del 14 al 18 Agosto de 2011
Aberdeen (Escocia)

<http://www.rgu.ac.uk/2011off-flavours>
- 7. ISEAC: 13th International Symposium on Electroanalytical Chemistry.**
Del 19 al 22 de agosto de 2011
Changchun (China)
ekwang@ciac.jl.cn blzhang@ciac.jl.cn
<http://iseac.ciac.jl.cn/>
- 8. DIOXIN 2011: 31st International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants.**
Del 21 al 25 de agosto de 2011.
Bruselas (Bélgica)

dioxin2011@mci-group.com
<http://www.dioxin2011.org/>
- 9. NoSSS 2011: Nordic Separation Science Society 6th Conference.**
Del 24 al 27 de agosto de 2011
Riga (Letonia)

riga2011@osi.lv
<http://www.nossss.eu>
- 10. ITP 2011: 18th International Symposium on Electro and Liquid Phase-Separation Techniques.**
Del 28 al 31 de agosto de 2011
Tbilisi (Georgia)

bezhan_chankvetadze@yahoo.com
www.itp2011tbilisi.tsu.ge

11. 11th International Nutrition & Diagnostics Conference.

Del 28 al 31 de agosto de 2011
Brno (República Checa)

Jarmila.Blatna@seznam.cz
<http://www.vitamins.cz/en>

12. 4ECCLS: 4th European Conference on Chemistry for Life Science.

Del 31 de agosto al 3 de septiembre 2011
Budapest (Hungría)

4eccls@mke.org.hu
<http://www.4eccls.mke.org.hu>

13. ISSS 2011: 17th International Symposium on Separation Science.

Del 5 al 9 de septiembre de 2011
Cluj-Napoca (Rumania)

mvcoman@chem.ubbcluj.ro
coman_virginia@yahoo.com
cluj_17iss@yaho.com
<http://17iss.conference.ubbcluj.ro>

14. EUROanalysis 16: European Conference on Analytical Chemistry.

Del 11 al 15 de septiembre de 2011
Belgrado (Serbia)

nebojsa@congrexpo.co.rs
www.congrexpo.co.rs
<http://www.euroanalysis2011.rs/>

15. NyNA 2011: V Workshop Nanociencia y Nanotecnología Analíticas.

Del 21 al 23 de septiembre de 2011 Toledo (España)

mohammed.zougagh@uclm.es
www.uclm.es/actividades/2011/vnyna

16. μ TAS 2011: 15th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences.

Del 2 al 6 de octubre de 2011
Seattle, WA (EE.UU.)

info@microtas2011.org
<http://www.microtas2011.org/>

17. PBA 2011: 23rd International Symposium on Pharmaceutical and Biomedical Analysis.

Del 9 al 12 de octubre de 2011
João Pessoa (Brasil)

<http://www.pba2011.com>

18. CE Pharm 2011: 13th Symposium on the Practical Applications for the Analysis of Proteins, Nucleotides and Small Molecules.

Del 9 al 13 de octubre de 2011
Amelia Island, FL (EE.UU.)

rolson@casss.org
<http://www.casss.org>

19. HPLC 2011: 37th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques.

Del 9 al 13 de octubre de 2011
Dalian (China)

xugw@dicp.ac.cn
<http://www.hplc2011.dicp.ac.cn>

20. IICS 2011: 23rd International Ion Chromatography Symposium.

Del 16 al 19 de octubre de 2011 Providence, Rhode Island (EE.UU.)

kbertani@casss.org
<http://www.casss.org>

21. RAFA 2011: Recent Advances in Food Analysis.

Del 1 al 4 de noviembre 2011.
Praga (Chequia)

RAFA2011@vscht.cz
jana.hajslova@vscht.cz
<http://www.rafa2011.eu/index.html>

22. JAI 2011: 13^{as} Jornadas de Análisis Instrumental.

Del 14 al 16 de noviembre de 2011
Barcelona (España)

ai@barter.es
www.barter.es/JAI/index.html

Tú eres productivo

Los problemas complejos precisan soluciones globales. Desde los laboratorios de Seguridad Alimentaria a los laboratorios Forensicos integramos la robustez y productividad de nuestros sistemas de cromatografía gaseosa y líquida con nuestros espectrómetros de masas de vanguardia para ofrecer una respuesta a los desafíos más complejos. Combinando la sensibilidad de los GC y la flexibilidad de los HPLC/UHPLC con potentes sistemas de tratamiento de datos, simplificamos tu trabajo diario en el laboratorio. Independientemente del futuro, seguirás siendo productivo.

Solucionando los complejos retos de la **Cromatografía**

• www.thermoscientific.com/productive



TRACE GC Ultra
Single channel to flexible multi-channel solutions



Accela
Fast, efficient HPLC and UHPLC separations in a single system



Transcend TLX
Advanced multiplexing and automated online sample preparation



Columns and Supplies
Innovative chemistries and hardware for HPLC and GC

Tú estás preparado

Desarrollada según nuestra capacidad de industria puntera, nuestra nueva línea de espectrómetros de masas permite identificar, cuantificar y confirmar compuestos en las muestras más exigentes. Tanto en el descubrimiento de estructuras de proteínas, en el desarrollo de nuevas drogas, o en el análisis de trazas de pesticidas, nosotros te ayudamos a progresar con elevada productividad mediante nuestra tecnología punta y destacada experiencia. Y a medida que avanzas en el descubrimiento y te enfrentas a nuevos compuestos desconocidos, nuestros sistemas y softwares avanzados te proporcionan una confianza sin precedentes en el resultados final. Cualesquiera que sean los desafíos que aparezcan en el futuro, estarás plenamente preparado.

para los retos más exigentes en la **Espectrometría de Masas**

• see our **new line up** at www.thermoscientific.com/ready



Orbitrap™ Elite Hybrid LC-MS
Gold standard for accurate mass and now to 240,000 resolution



Q Exactive Benchtop Orbitrap
High resolution, accurate mass and simultaneous qual/quant



Velos Pro Ion Trap
Fastest, most sensitive ion trap with HCD fragmentation



TSQ Quantum XLS Ultra GC-MS/MS
High sensitivity and selectivity in GC and LC triple quadrupole MS



ARTÍCULOS DE INTERÉS

“Applications of supercritical fluids” por Gerd Brunner. *Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering*, 2010, 1, 321-342.

El presente artículo es una reciente revisión realizada por Gerd Brunner sobre las aplicaciones de los fluidos supercríticos, algunas de ellas ya extendidas a diversos ámbitos industriales, y otras aún en fase de desarrollo.

Entre dichas aplicaciones, el autor expone el interés del empleo de la tecnología de impregnación supercrítica (operación inversa a la extracción supercrítica) en matrices poliméricas. Dicho interés se deriva de la oportunidad de utilizar las propiedades de los fluidos supercríticos para la preparación de nuevos materiales poliméricos con propiedades y beneficios adicionales. La ausencia de tensión superficial permite a los fluidos supercríticos la rápida penetración dentro de los poros de matrices heterogéneas. Por otra parte, la alta difusividad del dióxido de carbono, permite que se produzca una transferencia de materia mucho más favorable, así como una distribución homogénea del aditivo en el núcleo de la matriz polimérica. Además, dichos fluidos pueden difundir fácilmente fuera del polímero, una vez que la presión se reduce a valores ambientales, por lo que no dejan residuos de disolventes en la muestra de polímero impregnado.

De este modo, se han desarrollado un amplio número de trabajos que emplean la tecnología de fluidos supercríticos utilizando CO_2 (SC- CO_2) en la obtención de derivados de quitosano (polímero biodegradable, obtenido principalmente por desacetilación de la quitina). En la actualidad, la impregnación con fluidos supercríticos está alcanzando un gran desarrollo en el campo farmacéutico. Así, cabe destacar la impregnación de quitosano mediante fluidos supercríticos para su aplicación en la encapsulación de principios activos y posterior liberación controlada de fármacos como la dexametasona (Duarte y col., 2009), la indometacina (Gong y col., 2006), el flurbiprofeno o el maleato de timolol (Braga y col., 2008). Como ejemplo, a continuación se comenta el contenido de uno de estos trabajos, en el que además de detallar la metodología propuesta, se pone de manifiesto los factores que afectan a la eficacia del proceso.

“Preparation of chitosan scaffolds loaded with dexamethasone for tissue engineering applications using supercritical fluid technology” por Ana Rita C. Duarte, João F. Mano, Rui L. Reis. *European Polymer Journal*, 2009, 45, 141-148.

En este trabajo, el proceso de impregnación con fluidos supercríticos se lleva a cabo empleando un equipo que consta básicamente de una celda de impregnación de alta presión, colocada dentro de un horno que mantiene la temperatura, medida mediante un termopar. El CO_2 (fluido supercrítico empleado) se calienta a la temperatura deseada y una vez alcanzada la presión de trabajo (medida con un transductor de presión), se introduce en la celda de impregnación donde se encuentra, en primer lugar con una pequeña cantidad del aditivo a impregnar (dexametasona) y posteriormente con la matriz de quitosano (ambos separados entre sí mediante lana de vidrio), que se expone a esta solución durante un tiempo predeterminado seguido de la despresurización lenta del sistema.

Los autores exponen que el proceso de impregnación con fluidos supercríticos se rige por las relaciones de la termodinámica y la transferencia de masa, que dependen, de una manera compleja, de la presión del fluido supercrítico y de la temperatura de trabajo. La presión y la temperatura no sólo afectan a la solubilidad del soluto de interés en el dióxido de carbono, sino que también influyen en el grado de adsorción del polímero, es decir, en la cantidad de dióxido de carbono que puede disolverse en la matriz polimérica.

Así, la eficacia de la impregnación resulta de un complejo mecanismo que implica interacciones entre el soluto o aditivo (dexametasona, en este caso), el portador (fluido supercrítico) y la matriz polimérica (quitosano). La fuerza relativa de todas las interacciones binarias (aditivo – SC- CO_2 , polímero – SC- CO_2 , y aditivo – polímero) contribuirá a la distribución definitiva del soluto entre la fase móvil y el sólido. Como ejemplo, un aditivo con una baja solubilidad en el fluido supercrítico, pero con una fuerte interacción con la matriz podría impregnarse en gran medida; por el contrario, un soluto con mayor interacción con el disolvente en comparación con la matriz será difícilmente impregnado.

En este artículo también se hace referencia a la importancia de distinguir entre dos mecanismos de impregnación de aditivos en matrices poliméricas mediante el empleo de fluidos supercríticos. El primer mecanismo implica un simple depósito del compuesto cuando el fluido sale de la matriz polimérica hinchada. Esta situación consiste, en su mayor parte, en un soluto con una solubilidad relativamente alta en el fluido y es específica para la impregnación llevada a cabo en una matriz sujeta al hinchamiento bajo la exposición al fluido supercrítico. El segundo mecanismo, no específico de los fluidos supercríticos, corresponde a las interacciones químicas entre el soluto y la matriz.

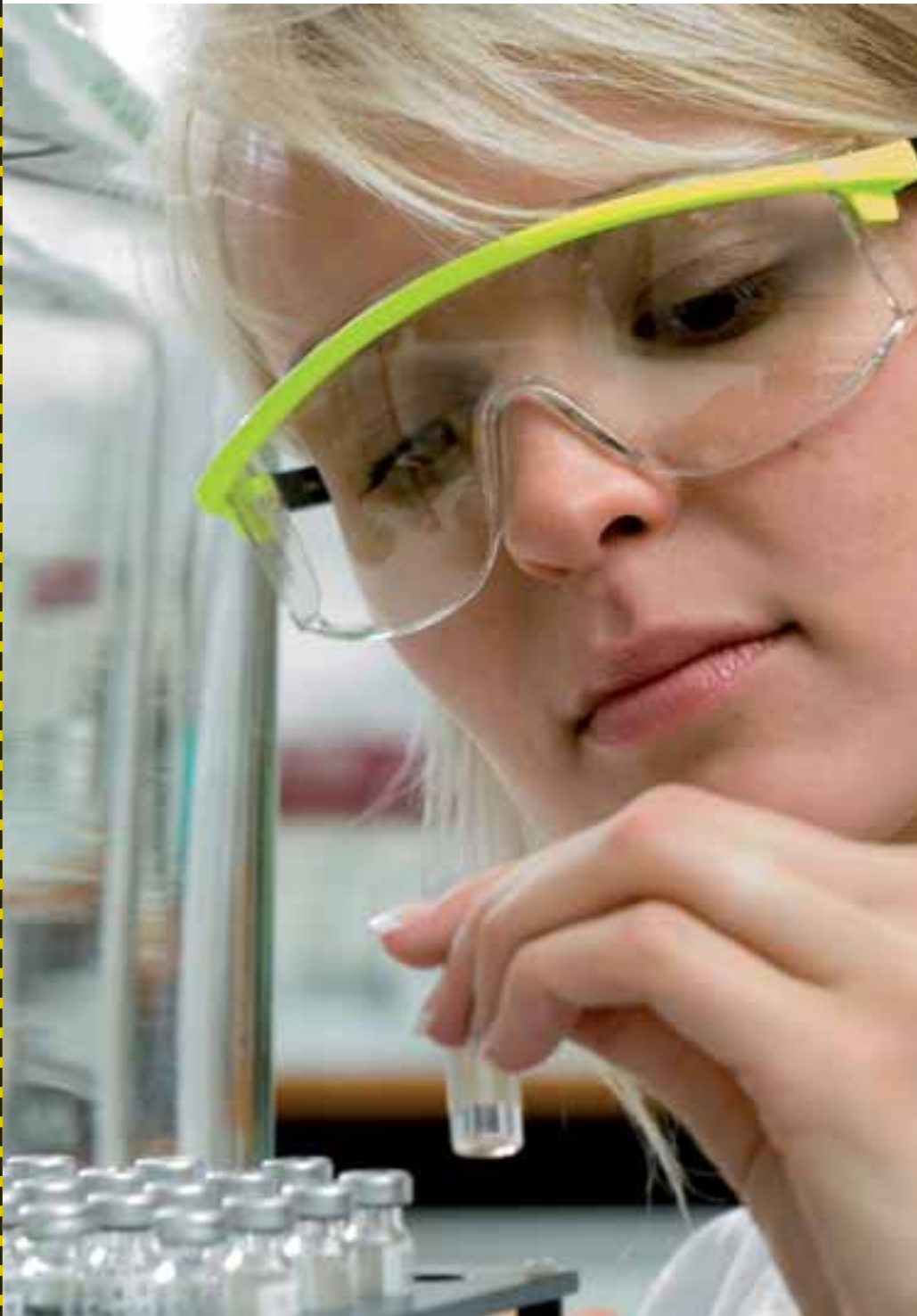
Los autores definen el rendimiento de la impregnación como la cantidad relativa de dexametasona impregnada en el quitosano, expresada como la relación entre el peso del aditivo y el peso del polímero. Y llevan a cabo un estudio del efecto del tiempo de contacto de la impregnación, así como de las condiciones de temperatura y presión, en dicho rendimiento. Según Duarte y colaboradores, la cantidad de aditivo impreg-

nado se puede ajustar en cierta medida hasta los valores deseados al cambiar el tiempo de contacto de la impregnación. En cuanto al efecto de la temperatura y de la presión, sugieren que las mejores condiciones de impregnación para el sistema estudiado son aquellas que implican bajas temperaturas y presiones, lo que al mismo tiempo corresponde a una menor solubilidad del fármaco en el fluido supercrítico y a una mínima inflamación de la matriz polimérica.

Como se ha mencionado anteriormente, este estudio es sólo una muestra del amplio número de trabajos que corroboran las posibilidades del empleo de la tecnología de impregnación mediante fluidos supercríticos en diversos campos. Sin embargo, es necesario continuar la investigación en esta técnica para desarrollar procedimientos óptimos que puedan tener un prometedor futuro para la industria.

Marina Díez Municio

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



Alphagaz CO₂ 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

RESEÑA DE LIBROS

“Chromatography: a science of discovery” edited
by R.L.Wixom y C.H.Gehrke
Wiley 2010 ISBN 978-0-470-28345-5

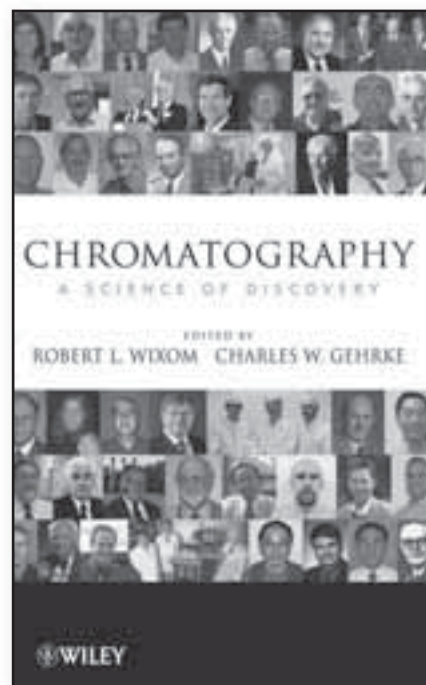
Es la obra póstuma de los editores: ambos fallecieron en el año 2009. Se trata de un libro fuera de lo habitual, al que ha contribuido un gran número de autores, cuyas biografías y fotografías aparecen entre el texto. Algunos capítulos han sido escritos por los editores, mientras que en otros se recopilan epígrafes individuales escritos por cada autor: su longitud varía entre dos y cien páginas. La bibliografía es breve casi siempre, y los editores recomiendan las referencias incluidas en su libro previo (*Chromatography: A Century of Discovery (1900-2001)*, Elsevier, 2001).

Los dos primeros capítulos describen puntos básicos de la cromatografía, tales como definiciones, ideas generales, atributos y conceptos. No se incluyen los fundamentos de la cromatografía, aunque se menciona la cromatografía unificada, propuesta por Giddings.

El tercer capítulo se dedica a los cromatografistas ganadores de premios Nobel, tanto a los premiados por sus avances en la técnica (Tiselius, Martin y Singe, Moore y Stein), como los que sólo fueron usuarios de la cromatografía (treinta y siete científicos, entre los que destaca Kuhn).

En el capítulo cuarto “The trails of research in chromatography”, Wixom presenta doce apartados sobre temas muy específicos, incluyendo campos tan diversos como “Carotenoids by chromatography” “Chiral Chromatography” “Hyphenated/ coupled/ tandem techniques in chromatography” y una breve mención (a Erika Cremer solo se le dedican dos líneas) sobre “Women scientists in chromatography”. El quinto capítulo, “Today's chromatographers and their discoveries”, el más largo del libro, está dedicado a los premios cromatográficos, a las sociedades que los conceden y a los premiados más recientes (desde 2000).

Los distintos epígrafes de “History and developments in chromatographic column technology and validation to 2001” mencionan diversos aspectos específicos escritos por más de 20 autores, entre los que se encuentran Bayer, Jennings, Majors, Kirkland, Unger, Engelhardt, Schomburg, Pirkle, Welch, Armstrong y Gherke.



A continuación, varios capítulos describen el desarrollo de la cromatografía en distintos campos de aplicación, entre ellos biología, medicina, farmacia, medio ambiente, productos naturales y síntesis.

Por último, el último capítulo “Chromatography in the millenium – Perspectives” recoge las opiniones de diversos cromatografistas, junto con las conclusiones generales de los editores.

Este libro es una obra muy personal de sus autores, lo que puede explicar que la selección de los temas y de su extensión, y la importancia de la aportación de distintos cromatografistas refleja principalmente su opinión, siendo difícil recoger toda la información relevante en un campo tan amplio como es la Cromatografía.

Isabel Martínez Castro y Jesús Sanz Perucha
(IQOG, CSIC)



EMPRESAS 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
Tlf. 91 508 65 86
vicente.ubeda@gomensoro.net
- **INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.**
Aveda. Cerdanyola, 73, 9 Izq
08172 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)
- **IZASA, S.A.**
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- **MICRÓN ANALÍTICA, S.A.**
C/ Rafael Bergamín, 16B
28043 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.**
Calle de la Tecnología, 5-17
A7 - Llinars Park
08450 Llinars del Vallés (Barcelona)

NOTA TÉCNICA



Bruker Chemical Analysis

LA NECESIDAD DE LA VELOCIDAD EN METABOLÓMICA: ANÁLISIS DE EXTRACTOS DE TÉ MEDIANTE EL ACOPLAMIENTO DE UHPLC Y EL ESPECTRÓMETRO DE MASAS UHR-Q-TOF maXis.

Aiko Barsch, Wiebke Lohmann, Gabriela Zurek, Bruker Daltonik GmbH, Bremen, Alemania.

A partir de extractos de té negro y té verde se realizó un estudio de perfiles de metabolitos de manera no dirigida “untargeted” utilizando un UHPLC y un maXis UHR-TOF como herramientas analíticas. Los datos procesados se sometieron a un análisis de componentes principales (PCA) para identificar compuestos que diferenciaron las variedades de té. Las fórmulas empíricas de los compuestos se buscaron en bases de datos públicas, las cuales permitieron la identificación de los compuestos característicos para el té verde y el té negro.

Introducción

La rápida separación de muestras complejas utilizando la cromatografía de alta resolución y una rápida velocidad de adquisición sin perder resolución, ni exactitud de masa, ni sensibilidad en la parte de la espectrometría de masas son necesarias para la manipulación de las muestras y una alta calidad de los datos en metabolómica. La unión de la tecnología UHPLC y el espectrómetro de masas maXis UHR-TOF (Ultra High Resolution Time-Of-Flight) proporciona esa velocidad sin compromiso en las prestaciones de las características antes mencionadas. Más del 95% del consumo de té en el mundo corresponde a las variedades de té negro y té verde. Se han hecho hipótesis sobre el beneficio en la salud de estos dos tipos de té. Un mayor conocimiento del beneficio que puede aportar el té a nuestra salud, así como la mejoría del sabor y calidad del té, es un área de interés tanto para la industria alimentaria como para el mundo académico.

Datos generados de diferentes extractos de té mediante un espectrómetro de masas UHR-TOF se sometieron a un análisis estadístico. La información de masa exacta y de la envoltura isotópica tanto en modo MS como MS/MS permitieron la identificación de las fórmulas moleculares. Combinando estas fórmulas con bases de datos se facilitó la identificación de compuestos descono-

cidos que, frecuentemente, se ha descrito como uno de los mayores cuellos de botella en metabolómica.

Experimental

Se prepararon 14 extractos diferentes de té (6 de té negro, 6 de té verde y 2 de té negro Darkjeeling) en 100 mL de agua caliente durante 5 minutos. Los análisis se realizaron con un cromatógrafo Ultimate 3000 Rapid Separation (Dionex) y un espectrómetro de masas UHR-Q-TOF maXis (Bruker Daltonics) operando en modo negativo y a una velocidad de adquisición de 4 Hz. El procesamiento de los datos se realizó con Compass Data Analysis, el Análisis de Componentes Principales y la generación de fórmulas empíricas se realizó con los programas ProfileAnalysis y SmartFormula (Bruker Daltonics). La descripción experimental completa se puede consultar en Barsch *et al*¹.

Discusión de resultados

Los datos de LC-MS obtenidos de los diferentes extractos de té se procesaron con el algoritmo de detección de picos “Find Molecular Features” (FMF) que diferencia eficientemente entre señal real y ruido de fondo. Los compuestos FMF se utilizaron para el análisis de Componentes Principales (PCA). Los resultados de PCA marcados en “scores plot” (Figura 1; varianza PC1 respecto a PC2: 71,0%) revelan un agrupamiento que refleja el estado de oxidación de las hojas de té: verde < Darjeeling < negro. Aunque el Darjeeling se vende a menudo como té negro, pertenece a un grupo de tés de los que en su proceso de producción se obtiene su oxidación incompleta². Esta observación se refleja en los resultados de PCA donde las muestras de Darjeeling se sitúan entre los tés negros y verdes. También es notorio que la muestra de “té verde A” se separa claramente del resto de muestras de té verde.

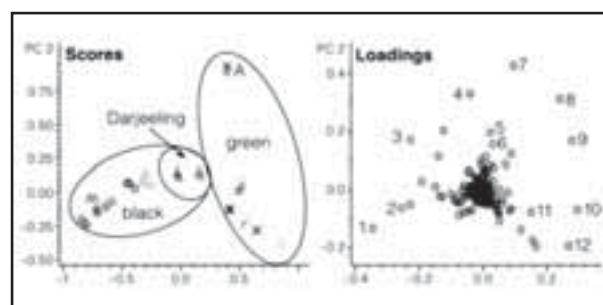


Figura 1. PCA scores and loadings plot of 14 tea extracts: black (O), green (X) and Darjeeling (D) tea extracts analysed in triplicate.

Seguirá deseándola dentro de 20 años.

Rompiendo todas las reglas –
y aquí para quedarse

Las columnas Kinetex core-shell están redefiniendo lo que es posible y ofreciendo resultados de UHPLC en cualquier sistema de LC. Miles de cromatografistas están aprovechando el potencial de Kinetex para conseguir las ventajas del UHPLC sin las limitaciones de la presión extrema. Rompa las barreras con las columnas Kinetex.



 **phenomenex**[®]
...breaking with traditionSM

Optimice al momento su método de LC con la calculadora de Kinetex
www.phenomenex.com/optimize

Para más información sobre
productos Phenomenex visite
www.phenomenex.com

DISTRIBUIDOR EXCLUSIVO



MICRON ANALITICA, S.A
C/RAFAEL BERGAMÍN nº 16 A • 28043 Madrid • Spain
Tel: +34-91-413-8613 • Fax: +34-91-413-2290 • Email: info@micron-analitica.com

UHPLC en CUALQUIER sistema de LC

Table 1: Selected loadings differentiating the tea samples.

Loadings (see Figure 1)	Retention time (min)	m/z measured	Error (ppm)	mSigma	Sum formula [M - H] ⁻	Possible compound
1	0.8	191.0560	0.51	6.7	C ₇ H ₉ O ₅	Quinic acid
2	6.7	337.0926	0.70	10.4	C ₁₇ H ₁₇ O ₇	Coumaroyl-quinic acid
3	2.4	169.0143	-0.59	6.6	C ₇ H ₉ O ₅	Galic acid
4	2.8	343.0670	0.08	7.9	C ₁₇ H ₁₇ O ₇	Theogallin
5	6.9	635.0889	0.13	5.4	C ₂₇ H ₂₃ O ₁₈	Trigalloyl-glucose
6	5.3	483.0780	-0.04	6.8	C ₁₇ H ₁₇ O ₇	Digalloyl-glucose
7	4.9	633.0731	0.35	13.7	C ₂₇ H ₂₃ O ₁₈	Corilagin
8	7.0	441.0828	-0.22	8.4	C ₁₇ H ₁₇ O ₇	Epicatechin-3-gallate
9	6.0	457.0076	0.07	4.0	C ₁₇ H ₁₇ O ₇	Epigallocatechin gallate
10	6.4	289.0718	-0.24	6.1	C ₁₅ H ₁₃ O ₆	Epicatechin
11	5.0	305.0665	0.58	2.4	C ₁₅ H ₁₃ O ₆	Epigallocatechin
12	3.5	305.0666	0.16	5.5	C ₁₅ H ₁₃ O ₆	Galocatechin

Los diferentes compuestos FMF que contribuyen a las diferencias entre los diferentes tipos de té están marcados en el gráfico “loadings plot” (Figura 1). Las fórmulas empíricas se calcularon utilizando el software SmartFormula que proporciona un ranking de acuerdo con la mejor coincidencia entre las envolturas isotópicas medidas y teóricas en una ventana de exactitud de masa establecida. La calidad en la coincidencia de las envolturas isotópicas se expresa en valores de mSigma (Tabla 1). Cuanto más pequeño es el valor de mSigma mejor es la coincidencia de la envoltura isotópica. Todas las fórmulas empíricas señaladas en la tabla 1 representan el mejor valor de mSigma con una ventana de error en exactitud de masa de 1 ppm. La búsqueda de las fórmulas empíricas en bases de datos públicas usando el software CompoundCrawler permite una identificación preliminar de estos compuestos.

La identidad de la epicatequina, galocatequina, epigallocatequina, 3-galatoepicatequina y epigalo-catequina se confirmaron por comparación con estándares puros.

El compuesto 5 es uno de los responsables de la separación de la muestra de té verde A de todas las otras muestras (Figura 1). La generación de las fórmulas empíricas basada en una ventana de exactitud de masa de 1 ppm proporciona tres posibles candidatos de los cuales C₂₇H₂₃O₁₈ es el que encaja mejor con la envoltura isotópica medida. Un experimento de Auto MS/MS nos proporciona los fragmentos para la verificación del candidato. El software SmartFormula3D que combina la medida de masa exacta y la envoltura isotópica tanto de los iones padre como de los fragmentos, así como la información de pérdidas neutras³, corrobora la fórmula empírica del candidato. La búsqueda en bases de datos nos sugiere que ese compuesto corresponde a la trigaloiil-glucosa.

Esta identificación preliminar está de acuerdo con la asignación de pérdidas neutras y de las fórmulas empíricas de los fragmentos del espectro de MS/MS. La asignación de los fragmentos en los datos de los espectros de MS/MS obtenidos en el maXis pueden realizarse con un alto grado de confianza debido a una desviación de la medida de masa exacta por debajo de los mDa como se muestra en la Figura 2. La estructura del candidato concuerda plenamente con las roturas observadas del ester y enlaces vecinos de la trigaloiil-glucosa.

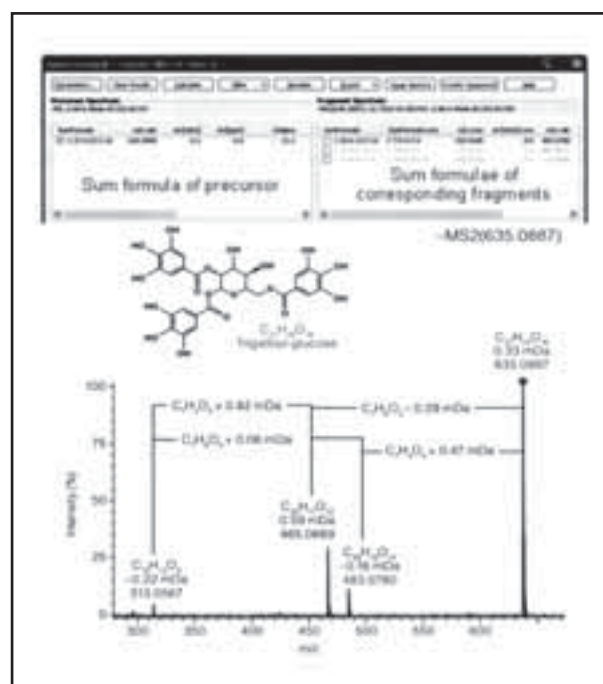


Figura 2. SmartFormula 3D result and MS/MS spectrum of Compound 5.

NOTA TÉCNICA

Conclusión

La rápida separación cromatográfica mediante UHPLC unida a los datos que proporciona el espectrómetro de masas maXis UHR-TOF permite el análisis completo de mezclas complejas de pequeñas moléculas, como en el caso de las muestras de té verde y negro analizadas en este estudio. El análisis mediante PCA permite la diferenciación de las muestras de té de acuerdo con su estado de oxidación.

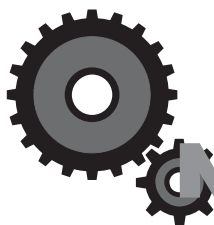
La información de exactitud de masa a nivel de sub-ppm y de envoltura isotópica real proporcionadas por el maXis facilitaron la generación de las fórmulas empíricas de los compuestos característicos de los diferentes tipos de té. Mediante la combinación de la información de masa exacta y la envoltura isotópica en los espectros de MS y MS/MS, SmartFormula3D facilita la rápida interpretación de los resultados de la fragmentación.

Se ha demostrado la viabilidad del sistema analítico maXis-UHPLC en combinación con la búsqueda en bases de datos con CompoundCrawler para la identificación de compuestos desconocidos en estudios de metabólica.

Referencias

1. A. Barsch et al., Application Note ET-19, Bruker Daltonik GmbH, www.bdal.com (2010). Metabolomic Profiling of Tea Extracts by High-Resolution LC in combination with maXis UHR-TOF-MS Analysis).
2. H.N. Graham, *Prev Med.*, 21(3), 334-50 (1992).
3. C. Stacey et al., Technical Note TN-23, Bruker Daltonik GmbH, www.bdal.com (2008).

* * * * *



NOVEDADES TÉCNICAS



Bruker Chemical Analysis

BRUKER CONTINÚA SU INNOVACIÓN EN SOLUCIONES ANALÍTICAS.

Desde hace más de 50 años, Bruker es sinónimo de innovación, fiabilidad y prestaciones. Siguiendo con su estrategia de consolidarse como un proveedor de soluciones globales para el mercado analítico mundial, se han presentado recientemente novedades que completan la ya amplia gama de productos y soluciones analíticas de Bruker en España. Destacamos entre otras:

• Un nuevo concepto Bruker GC Personalizados “Custom Solutions”

Basados en las plataformas Bruker GC 430 y 450, se ofrecen configuraciones a medida orientadas a resolver problemas analíticos concretos de la industria tanto para el cumplimiento de normativas específicas, como para problemas analíticos complejos personalizados. Bruker ofrece no sólo el cromatógrafo de gases, sino la configuración apropiada con válvulas, accesorios, columnas, etc... así como la documentación analítica, y la metodología completa ofreciendo una solución completa y global a su problema analítico.

Simulated Distillation	Refinery Gases (RGA)	Oxygenates
Hydrocarbon Group Analysis (PiONA)	Detailed Hydrocarbon Analysis (DHA)	Natural Gas (NGA)
Sulfur in Gas	Biodiesel	Gases in Transformer Oils (TOGA)
Trace Impurities in Gas	Permanent Gases	Benzene and Toluene in Gasoline

Esta propuesta complementada por los servicios de instalación, puesta en marcha y formación locales, garantiza los resultados de su inversión, con un tiempo mínimo de puesta en operación.

Si desea más información sobre Bruker GC “Custom Solutions” póngase en contacto con nosotros en el mail: info-bcad-spain@bruker.com



• Nueva Gama de Columnas Bruker GC-Care

Como complemento imprescindible a su amplia gama de soluciones tanto en Cromatografía de Gases (GC) como en Cromatografía de Gases/Espectrometría de Masas (GC/MS), Bruker ha presentado recientemente una nueva gama completa de columnas analíticas apropiadas para la rutina o las aplicaciones más exigentes.

Destacan especialmente las más innovadoras como:

- Estándar WCOT, con diámetros desde 0,25 a 0,53 mm con amplia variedad de fases estacionarias polares, no polares y de bajo sangrado especialmente diseñadas para detección por MS triple Cuadrupolo.
- Diámetro interno mínimo para aplicaciones GC ultra-rápidas, con excelente resolución cromatográfica.
- Fases estacionarias sólidas tipo “PLOT”, para análisis de volátiles con alta selectividad. También diseñadas para la separación de gases permanentes con fases tipo tamiz molecular.
- Columnas de acero inerte empaquetadas y micro-empaquetadas, para muestras donde se requiere alta capacidad en columna.

Especialmente diseñadas para cumplir con los requerimientos analíticos más exigentes en los campos de aplicación de:

- Petroquímica: Desde la destilación simulada de productos de petróleo, hasta el análisis detallado de Gas de Refinería. Bruker desarrolla y fabrica soluciones completas que incluyen, el diseño, la configuración del equipo, la columna y el análisis demostrado para cumplir las normativas (ASTM, EN, UOP, ISO, GPA) ahorrando tiempo y garantizando los resultados correctos.

- **Productos Farmacéuticos:** Cada vez es más crítica la identificación y cuantificación de disolventes residuales en productos farmacéuticos mediante espacio de cabeza. El desarrollo de columnas específicas para estas aplicaciones garantiza simetrías de pico y límites de detección cada vez más ajustados.
- **Medio Ambiente:** Con el desarrollo de las normativas internacionales de control, el análisis de muestras medioambientales es cada vez más exigente. Las Columnas Bruker ofrecen una máxima robustez, bajo sangrado y la selectividad imprescindible para el análisis de Semivolátiles, PCB, Pesticidas, Volátiles, PAH, entre otros.
- **Análisis Toxicológico y Forense:** Análisis de muestras biológicas para “screening” de drogas, tóxicos o fármacos, requieren columnas de alta selectividad con fases de polaridad intermedia, y especialmente robustas a agentes derivatizantes, las fases Bruker de bajo sangrado tipo BR-5MS, son ideales para este tipo de metodologías analíticas.
- **Alimentos y Aromas:** Tanto las aplicaciones orientadas a seguridad alimentaria como el control de calidad, la variedad de matrices y compuestos a analizar en alimentos crece cada día. Columnas de alta selectividad para separación de ácidos grasos cis y trans, de bajo sangrado para aplicaciones de residuos o robustas para la cuantificación de triglicéridos. Bruker tiene una columna apropiada para su aplicación.

Contacte con nuestros profesionales para que le asesoren en la columna más apropiada para la determinación que requiere. Mail: info-bcad-spain@bruker.com

• **Un paso adelante en HPLC-ICPMS con el nuevo Bruker ICPMS Aurora M90**



Bruker ha presentado recientemente su nuevo sistema ICP-MS Aurora M90, con prestaciones inigualables con sensibilidades de Gigahercios, un sistema innovador de corrección de interferencias CRI II, y una óptica de iones a 90° con focalización en 3D. Todas estas características son especialmente interesantes en aplicaciones que requieren acoplamiento con técnicas de separación como HPLC. Por otra parte la especiación de Cationes tipo As, Se, Cr son cada vez más necesarias no sólo en el ámbito de la investigación sino también en los laboratorios de rutina. Bruker ofrece integración completa de sistemas HPLC-ICP-MS, controlados por software global y plenamente disponibles para el trabajo de rutina con máxima sensibilidad.

• **Nuevo Software Bruker compassCDS**

Una plataforma, una solución diseñada para satisfacer sus necesidades integrando el control de sus Cromatógrafos de Gases Bruker. El sistema es ampliable y completamente configurable, integrando el control instrumental, la adquisición de datos, y sus necesidades analíticas. Garantiza una perfecta adaptación a sus necesidades con una amplia variedad de soluciones personalizadas en informes, presentación de resultados y control de calidad de forma clara y sencilla.

Con estas capacidades únicas de personalización, compassCDS es una potente herramienta en su laboratorio, que le permitirá controlar y revisar sus resultados de forma clara y precisa.

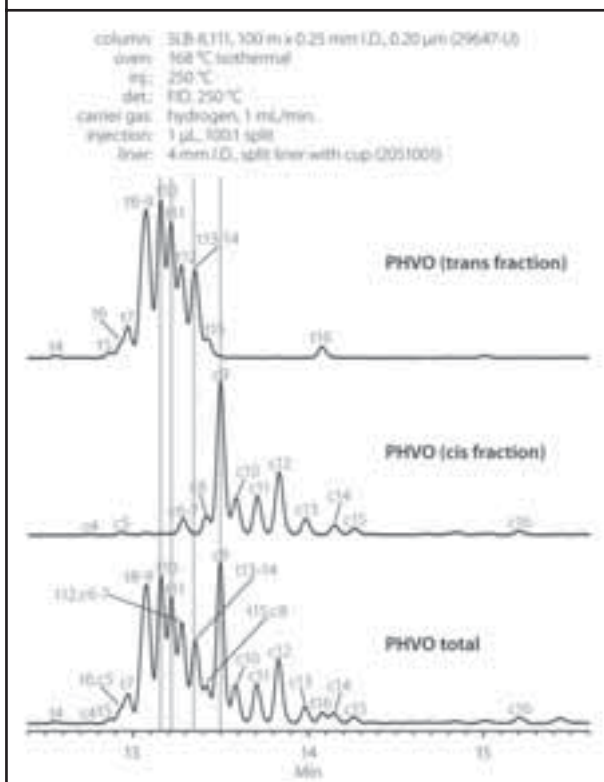
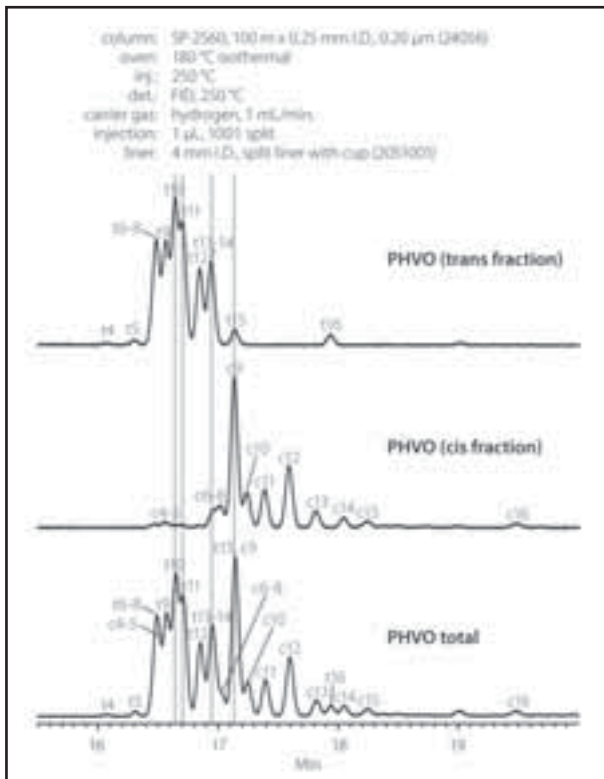
Para mayor información, puede visitar:

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®



ANÁLISIS COMPLETO DE FAMES E ISÓMEROS CIS/TRANS DE FAMES CON LA NUEVA COLUMNA SLB-IL111.

La extrema polaridad de la nueva columna SLB-IL111, la más alta de las fases de GC, ofrece una selectividad alternativa a las típicas fases ciano usadas en el análisis de FAMES, permitiendo la separación de algunos isómeros clave. La versión de 100 m es apropiada para la detallada separación de los isómeros cis/trans de FAMES.

Además, SLB-IL111 es una columna de mayor estabilidad térmica, menor sangrado y mayor robustez que sus equivalentes en polaridad.

No deje pasar la oportunidad de adquirir una columna SLB-IL111 con la sensacional oferta que encontrará en ofertas especiales GC del siguiente vínculo www.sigmaaldrich.com/gc

Entre en el fabuloso mundo de las columnas capilares con líquidos iónicos como fases estacionarias y revolucione la cromatografía de gases.

www.sigmaaldrich.com/il-gc

O consultar a nuestro Servicio Técnico.

Tel. 900 10 13 76

serviciotecnico@sial.com

5ª EDICIÓN DEL PREMIO CLUB USUARIOS DE SPME

Sigma-Aldrich Química convoca el 5º Premio “Club usuarios de SPME” para promover el uso y la innovación en la técnica “Microextracción en Fase Sólida. SPME”. Dotado con 1000 € en productos de las marcas SUPELCO o FLUKA, ambas de Sigma-Aldrich.

Se podrán presentar a este premio los trabajos, de aquellos usuarios de SPME, que se den a la luz en publicaciones científicas, congresos o reuniones científicas entre el 1 de Diciembre de 2010 y el 30 de Septiembre de 2011, salvo los trabajos presentados a la 13ª JAI (13ª Jornada de Análisis Instrumental), ya que en este caso se aceptará el abstract de la comunicación oral o en póster enviado previamente a la organización de la 13ª JAI y

fecha final del trabajo completo el 31 de Octubre de 2011. El premio será fallado durante los primeros días de la 13ª JAI y será entregado al ganador, si este estuviera presente en las 13ª JAI, en el acto de entrega de premios que se realizará en esta Jornada.

Más información:

Pedro Gutiérrez
Tel. 91 657 20 65
e_mail pedro.gutierrez@sial.com

AMPLIAMOS LA OFERTA DE ESTÁNDARES ANALÍTICOS

La reciente adquisición de Cerilliant (<http://cerilliant.com/products/catalog.aspx>), estándares analíticos y Materiales de Referencia Certificados para los laboratorios farmacéuticos, medioambientales, de diagnóstico clínico, nutracéutica, forense, toxicológicos, etc...; y RTC (www.rtc-corp.com), estándares analíticos, estándares de matrices, Materiales de Referencia Certificados y test de capacitación para laboratorios farmacéuticos y medioambientales complementan el amplio rango de estándares analíticos para cromatografía (HPLC, GPC, GC), electroforesis, microscopía, espectroscopías, valoraciones volumétricas y propiedades físicas que cubren entre otras áreas de análisis las trazas de elementos, petroquímicos, farmacéuticos, medioambientales, clínicos, alimentarios, Materiales de Referencia Certificados (MRC), estándares de GMOs, cosméticos, forenses, veterinarios, y además servicios de empaquetado y preparación de estándares a medida.

En el siguiente vínculo encontrará la más completa oferta de estándares analíticos, sofisticada herramienta de búsqueda, mezclas a medida y soluciones novedosas en estándares analíticos.

www.sigmaldrich.com/standards

O consultar a nuestro Servicio Técnico.
Tel. 900 10 13 76
serviciotecnico@sial.com



GASES ESPECIALES AIR LIQUIDE Air Liquide innova una vez más en el mercado de los gases especiales

Air Liquide, buscando ofrecer más valor añadido a los usuarios, innova en la protección de las válvulas con el lanzamiento de Scandina. Este nuevo sistema permite al usuario manipular más fácilmente la válvula, así como cualquier movimiento de la botella.

Este sistema va a sustituir gradualmente a la tulipa EXAL, formato utilizado actualmente.

En 2009, Air Liquide lanzó una gama de gases Alphagaz con SMARTOP, una válvula innovadora que permite aumentar la eficiencia y la reducción de costes, y refuerza significativamente las condiciones de seguridad en la manipulación de los gases.

¡Air Liquide, en la búsqueda constante de la innovación, aporta nuevas ventajas a los usuarios de gases!

Más información:

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



CROMATOGRAFÍA IÓNICA AL MÁS ALTO NIVEL: PREPARACIÓN DE MUESTRAS INLINE DE METROHM - MISP



Preparación de muestras «inline» de Metrohm (MISP) (Metrohm Inline Sample Preparation)

Cristalinamente claro, clínicamente puro, sin bacterias y sin partículas: así sería la muestra ideal para la cromatografía iónica. Lamentablemente, aparte de los iones que deben determinarse, las muestras suelen contener grandes cantidades de sustancias interferentes que hacen que el análisis resulte difícil o incluso imposible.

Las muestras delicadas, tales como la leche, el chocolate, las soluciones de sosa cáustica o las aguas residuales muy cargadas, requieren una preparación adecuada antes de poder analizarse mediante cromatografía iónica.

Sin embargo, la preparación manual de las muestras lleva mucho tiempo y, en muchos casos, da lugar a una baja reproducibilidad, resultados inexactos y costes muy altos.

Con la preparación de muestras inline de Metrohm «MISP», muchos de estos pasos pueden automatizarse, lo que aumenta significativamente la calidad de los resultados y reduce de forma drástica los costes. En estos sistemas, la preparación de las muestras se integra entre el cambiador de muestras y el sistema IC.

Combinado con el procesador de muestras 858 Professional, el 850 Professional IC ofrece una variedad de pasos de preparación de muestras inline totalmente automatizados, como son la ultrafiltración, preconcentración, eliminación de la matriz, neutralización, calibración «inline», inyección inteligente con loop parcial y dilución de las muestras.

El potente software de cromatografía MagIC Net™ de Metrohm amplía aún más el espectro de aplicación y ofrece la capacidad para tomar decisiones lógicas, tales como aplicar los factores de dilución calculados automáticamente para una perfecta cuantificación del analito.

Métodos de Preparación Inline de muestras con Metrohm (MISP):

- Ultrafiltración Inline.
- Diálisis Inline.
- Dilución Inline.
- Técnica de inyección con loop parcial – decisiones inteligentes.
- Extracción Inline.
- Eliminación de la matriz Inline.
- Neutralización Inline.
- Eliminación de cationes Inline.
- Preconcentración Inline.
- Calibración Inline.
- Adiciones estándar Inline.



¿Qué técnica MISP utilizar?

Consulte su aplicación:
<http://misp.metrohm.com/methods/quickfinder.html>

Análisis de muestras sólidas. Sistema SOLIPRED. Consulte más información:
<http://misp.metrohm.com/solids/index.html>

Vídeo:
<http://misp.metrohm.com/Produkte2/Titration/Automation/video.html>



NUEVO CATÁLOGO DE CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA DE CAMAG

El nuevo catálogo de Camag incorpora las últimas novedades del líder en instrumentación para cromatografía en capa fina. Incluye todo lo necesario para desarrollar de forma fiable y reproducible las técnicas TLC/HPTLC.

El contenido del catálogo se estructura siguiendo los pasos necesarios para la cromatografía en capa fina, con abundante información sobre las diferentes maneras de optimizar los resultados obtenidos:

- Se hace una distinción clara entre TLC y HPTLC.
- Se exponen las bases para conseguir resultados reproducibles en HPTLC.
- Se explican las diferencias entre las distintas cubetas de desarrollo.
- Se introducen las herramientas para análisis cualitativo y cuantitativo.

El catálogo presenta además las últimas adiciones a la línea de Camag, tales como el nuevo densitómetro TLC Scanner 4 o la interface para espectrometría de masas TLC-MS.

Aunque el catálogo se puede descargar de la web, se recomienda solicitar una copia impresa, dado el tamaño (60 páginas) y la alta calidad de impresión.

Las copias se pueden solicitar en el e-mail: atencionalcliente@izasa.es.





STRATA™-X-DRUG B

Phenomenex Inc., líder mundial en la investigación y fabricación de tecnologías avanzadas para las ciencias de la separación, presenta **Strata™-X-Drug B, un nuevo absorbente de extracción en fase sólida (SPE) especialmente diseñado y probado para el análisis de drogas de abuso**. Strata™-X-Drug B, es un SPE de absorbente polimérico con intercambio catiónico fuerte, el cual no requiere acondicionado, ahorrando tiempo y dinero en disolventes. Phenomenex lo ha desarrollado y probado usando tres métodos para esta nueva fase de SPE cubriendo la extracción de 11 de las drogas de abuso más comunes. Estos métodos simplificados reducen las necesidades de formación, ahorran tiempo al técnico de laboratorio y reduce el riesgo de error del usuario.



Strata™-X-Drug B ha sido probado y desarrollado a partir de muestras biológicas. La detección de las 11 drogas de abuso más comunes está por debajo de los nuevos límites de rechazo de la SAMHSA (Administración de Salud Mental y Abuso de Sustancias de EE.UU.). El porcentaje de recuperación previsto se ha calculado mediante el análisis por LC/MS de la codeína y la morfina extraída de la orina. Un segundo análisis de control de calidad confirma que el absorbente no provoca la interconversión de norcodeína y normorfina a los compuestos padre, que a veces puede ocurrir al usar resinas de intercambio catiónico fuerte.

Como explicó Erica Pike de Phenomenex “Una vez que las extracciones se han completado, los usuarios pueden analizar sus resultados utilizando nuestras columnas para HPLC / UHPLC Kinetex® core-shell o mediante Cromatografía de Gases con las columnas **Zebron™ ZB-Drug-1** para las separaciones de alta calidad. Estamos tan seguros que los clientes estarán encantados con Strata™-X-Drug B que **ofrecemos una garantía de 45 días**, en los cuales los usuarios que no logren mejores resultados, nos puede enviar datos comparativos y se les reembolsará completamente el valor de los cartuchos SPE”.

Phenomenex es líder mundial en nuevas tecnologías, comprometida con el desarrollo de nuevas soluciones en química analítica que resuelvan los retos de separación y purificación de investigadores en la industria, el gobierno, clínicas y laboratorios universitarios. Desde el descubrimiento de fármacos y desarrollo farmacéutico para el diagnóstico de enfermedades, seguridad alimentaria y el análisis del medio ambiente, las soluciones cromatográficas de Phenomenex aceleran las investigaciones en el campo de la ciencia y ayudan a mejorar la salud mundial y el bienestar. Para más información, visitar www.phenomenex.com y contactar con el distribuidor exclusivo en España:

MICRON ANALITICA, S.A.
 email: info@micron-analitica.com
 C/Rafael Bergamín, 16
 28043 Madrid
 Tél. 902 500 972
 Fax: 91 413 22 90



SCHARLAB PRESENTA EXTRABOND: LA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA SCHARLAU

Con más de 20 años de experiencia en el asesoramiento técnico y la venta de productos para la extracción en fase sólida (EFS), Scharlab presenta su nueva línea de EFS: ExtraBond® de Scharlau.



ExtraBond® de Scharlau consta de una amplia gama de rellenos tanto de gel de sílice como poliméricos de máxima calidad y pureza que proporcionan una excelente y reproducible separación con una gran recuperación.

Cada cartucho ExtraBond® lleva impreso el tipo de fase y el número de lote para una mayor trazabilidad.

Se consigue evitar también las confusiones al manipular cartuchos de distintas fases.

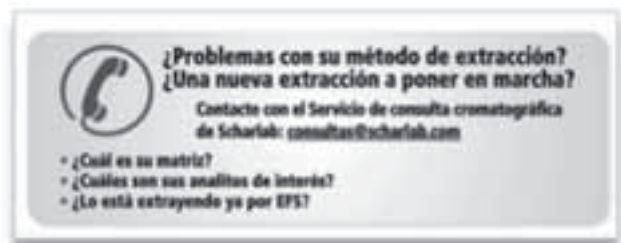
Los cartuchos ExtraBond® se entregan en prácticas bolsas al vacío que aseguran la máxima conservación protegiéndolos de la humedad. Además, el envase al vacío actúa como protector de posibles desprendimientos de la fase.



ExtraBond® de Scharlau está disponible en todos los formatos: minicartuchos cerrados, cartuchos abiertos para EFS, cartuchos para cromatografía flash, placas de 96 pocillos.



Si desea recibir nuestro nuevo catálogo de EFS o muestras de ExtraBond solicítelas en consultas@scharlab.com



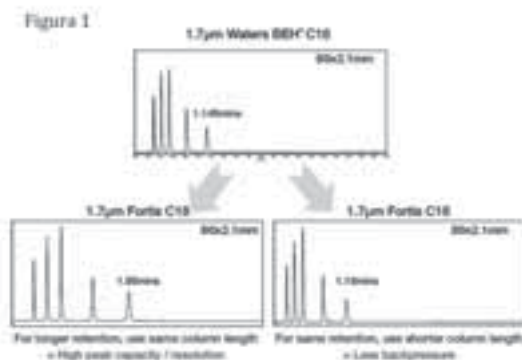


COLUMNAS FORTIS CON PARTÍCULAS DE 1.7 µm

Las partículas de sílice de Fortis de 1.7 µm han sido diseñadas para ser robustas, reproducibles y completamente escalables con las de tamaños de 3, 5 y 10 µm. La presión de trabajo puede llegar a los 1200 bares, proporcionando un amplio rango de velocidades lineales. Por su alta relación de área superficial/masa (380 m²/g) puede incrementar notablemente la resolución de los picos usando las mismas dimensiones que las columnas de 2.6 µm, manteniendo la capacidad de pico, o disminuir la presión y el tiempo de análisis reduciendo la longitud de la columna. Al ser partículas con una estrecha distribución de tamaños, se asegura un descenso de la presión y un aumento en el número de platos. Las columnas con partículas de 1.7 µm pueden llegar a ser usadas en sistemas de UHPLC o en equipos de HPLC.

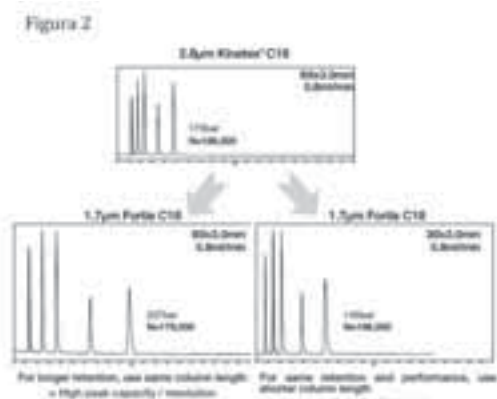
Comparación entre la columna Fortis C-18 1.7 µm y Acquity BECH C-18

En la Figura 1 vemos el cromatograma de cinco sustancias separadas con una columna Acquity BEH de 50 x 2.1 mm x 1.7 µm C-18 y su comparación con la separación obtenida con una columna Fortis de igual longitud y tamaño de partícula. La retención de la columna de Fortis es mucho mayor, como cabe esperar de una mayor área superficial (380 m²/g frente a 185 m²/g). Esto conduce a una mayor resolución de los picos para una misma longitud. Si elegimos una columna Fortis con menor longitud (30 mm), el perfil de retención de Fortis llega a ser muy similar al de la columna de Acquity BEH, pero con una presión bastante menor (65 bares para la columna de Fortis frente a 160 bares para la columna Acquity BEH).



Comparación entre la columna C-18 Fortis 1.7 µm y Kinetex C-18 2.6 µm

Las partículas core-shell tienen una baja área superficial, de 150 a 200 m²/g en comparación con las partículas de Fortis de 1.7 µm. En la figura 2 vemos la separación obtenida por una columna Kinetex de 50 x 2.1 mm x 2.6 µm y su comparación con dos columnas Fortis C-18 de 1.7 µm de 50 x 2.1 mm y 30 x 2.1 mm. Los tiempos de retención para la columna Fortis de 50 mm son mayores que los obtenidos por la columna Kinetex, como era de esperar por su mayor área superficial. Si empleamos una columna Fortis de 30 mm, los tiempos de retención se aproximan a los obtenidos con la columna Kinetex, lográndose un número de platos/m superior en la columna de Fortis y una presión inferior (145 bares frente a 175 bares en la columna Kinetex). Las columnas Fortis admiten una mayor carga de muestra sin sufrir sobrecarga.



El rango de rango de pH y fases disponibles

Las columnas de C-18 de 1.7 µm pueden trabajar en el rango de pH entre 1-12, permitiendo al analista escoger el pH más adecuado para cada separación. Las columnas se equilibran rápidamente al cambiar de tampón. Fortis ha lanzado al mercado 8 fases con el tamaño de partícula de 1.7 µm: C-18, C-8, HILIC, Diol, HILIC Diol, Difenol, ciano y amino. Las fases de Fortis permiten transferir los métodos diseñados para 5 y 3 µm fácilmente, ahorrando tiempo al analista. Esta importante propiedad se basa en que las partículas de diferentes tamaños de Fortis guardan la misma proporción en el área superficial, tamaño de poro y características de enlace de las fases.

Sugelabor distribuidor en exclusiva de Optimize Technologies para España

Optimize Technologies ha nombrado a Sugelabor, S.A. como su distribuidor oficial en España. Optimize Technologies está especializado en el diseño y fabricación de filtros, precolumnas, trampas, fittings y piezas de repuestos para cromatógrafos de UHPLC y HPLC. Más del 98% de sus productos son fabricados en su factoría de Oregón, con materiales procedentes de USA. Las piezas son fabricadas con la maquinaria más moderna de control numérico, excluyendo el uso de moldes. Esto les permite conseguir unas ajustadas tolerancias, complementándose con un riguroso programa de control de calidad. Las principales líneas de producto de Optimize son las siguientes:

- **Extreme Pressure:** Son fittings, filtros, cartuchos, trampas y precolumnas que se conectan y desconectan a mano para aplicaciones de hasta 8700 psi o con una llave, llegando la presión de trabajo a 20000 psi (1400 bares). Todas las conexiones son sin volumen muerto. La clave de sus extraordinarias prestaciones está en una ferrula híbrida de titanio/peek que permite un ajuste perfecto cada vez que se conecta.
- **Optilynx:** Son filtros, precolumnas, trampas y columnas analíticas que se conectan y desconectan con un simple giro de ¼ de vuelta, a mano, diseñadas para soportar hasta 6000 psi, sin volumen muerto en la conexión. Debido a que los conectores son idénticos, la única variación está en el tubo holder, así la misma conexión se puede utilizar para un filtro con diferentes diámetros de porosidad, una precolumna o una columna analítica.
- **Optisolv:** Evitar la entrada de partículas en el sistema de UHPLC previene prematuros desgastes en componentes vitales. Hay tres zonas en las que se debe prevenir la entrada de partículas contaminantes, para cada una de ellas Optimize ha diseñado los filtros adecuados. En el reservorio de los disolventes se acumulan partículas procedentes de la precipitación de los tampones, del aire, del vidrio y microorganismos. Optimize fabrica filtros biocompatibles formados por un holder de teflón cónico que previene la formación de burbujas, en la parte posterior se encuentra un frit de titanio (2, 10 µm) que evita el paso de las partículas sólidas. Para soluciones corrosivas están disponibles filtros con vástago, fabricados en la aleación Hastelloy C (níquel, cromo, wolframio y molibdeno). Las fuerzas de fricción generadas en el pistón y la junta conducen inevitablemente a desgastes. Colocando un filtro entre el inyector y la bomba elimina las partículas. Varios factores contribuyen a la formación de partículas después de la

inyección: incompatibilidades entre la muestra, la matriz y la fase móvil, etc. Para evitar estos problemas Optimize presenta, en función del caudal que circula por la columna, filtros mini, micro (200 nl de volumen interno) y nano (50 nl).

- **Optipak:** Están especialmente diseñados para pequeños volúmenes de fase estacionaria (0,12 µl a 5,0 µl). Estas trampas se pueden instalar en los puertos de cualquier válvula de inyección, ajustándose a mano, facilitando la eliminación de sales, pre-concentrando los analitos. Se puede llegar a instalar una segunda trampa a la salida del loop de la válvula de inyección, obteniendo una separación 2D.
- **Optiguard:** Las precolumnas son esenciales para alargar la vida de las columnas analíticas. Las precolumnas de Optimize garantizan una conexión exenta de volúmenes muertos, al disponer de un vástago flotante que se adapta a todas las columnas disponibles en el mercado (4,6, 3,0, 2,1 y 1,0 mm de i.d.). Están disponibles en las principales fases estacionarias y con cartuchos biocompatibles.
- **Piezas de Repuesto:** Optimize fabrica piezas de repuesto para los principales fabricantes de equipos de UHPLC y HPLC (ABI, Agilent, BAS, Dionex, HP, Shimadzu, Waters, Bio-Rad, Jasco, Hitachi, Termo-Electron, Spectra-Physics, Rheodyne, Beckman etc.), garantizando que cumple las especificaciones de la pieza original. En el catálogo se puede consultar las piezas disponibles (check valves, pistones, juntas, rotor seal, lámparas, etc.) para cada modelo de cromatógrafo.

En la web www.sugelabor.com se dispone de amplia información, si precisa una aclaración o información suplementaria, no dude en ponerse en contacto con nosotros.



NORMATIVA DE CONCESIÓN DE AYUDAS PARA LA ASISTENCIA A CONGRESOS Y/O REUNIONES

CONDICIONES PARA LA CONCESIÓN DE AYUDAS PARA LA ASISTENCIA A CONGRESOS / REUNIONES DE CARÁCTER NACIONAL E INTERNACIONAL (aprobadas por la Junta de Gobierno de la SECyTA en sesión celebrada el 3 de Febrero de 2011)

1. Requisitos generales para optar a una beca concedida por la SECyTA.

- 1.1. Ser miembro de la SECyTA.
- 1.2. Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o un Trabajo de Investigación de máster o equivalente en un Centro de Investigación.
- 1.3. No ser miembro de la plantilla laboral permanente del Centro de Investigación.

2. Para asistencia a Reuniones de la SECyTA.

- 2.1. Cláusula adicional a las anteriores: Se podrán conceder un máximo de 2 Becas por Investigador Senior (socio de la SECyTA) inscrito en la Reunión.
- 2.2. Sólo se podrá solicitar una ayuda por comunicación presentada en la Reunión y/o Congreso.

3. Para asistencia a Reuniones Internacionales.

- 3.1. Ser miembro de la SECyTA con una antigüedad superior a 1 año.
 - 3.2. Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o Trabajo de Investigación de Máster o equivalente (como mínimo, en su segundo año) en un Centro de Investigación.
 - 3.3. No haber disfrutado de otra beca semejante concedida por la SECyTA durante la realización del Trabajo de Investigación.
 - 3.4. En el caso que el solicitante sea Doctor, no debe haber transcurrido más de dos años después de la obtención del título.
 - 3.5. Se establece la necesidad de que se trate de Congresos relacionados con el fin de la SECyTA o bien que la SECyTA figure como colaboradora o coorganizadora del Congreso.
 - 3.6. El Solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en español y en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la Página Web de la Sociedad. Si se conceden más de una beca para la asistencia un mismo congreso se podrá elaborar el informe de forma conjunta.
-

IMPRESO DE SOLICITUD DE AYUDAS PARA ASISTENCIA A LAS REUNIONES CIENTÍFICAS DE LA SECyTA

DATOS PERSONALES DEL SOLICITANTE:

Apellidos: _____

Nombre : _____

DNI o pasaporte: _____ Correo electrónico: _____

Dirección postal del Centro de Trabajo:

Centro de Trabajo: _____

Calle o plaza: _____ n.º: _____

Localidad: _____ CP: _____ Provincia: _____

Teléfono: _____ Fax: : _____

DATOS DE LA COMUNICACIÓN QUE SE PRESENTA:

Título y autores: _____

OTRAS SUBVENCIONES:

¿Se han solicitado otras ayudas para la asistencia al Congreso?

 SI

Cite cuáles: _____

 NO

DOCUMENTACIÓN QUE SE ADJUNTA:

 Carta del Director de Tesis, Proyecto o del Grupo de Trabajo, certificando los puntos 1.1. a 1.3 del Anexo.

En _____, ____ de _____ de 201__

Fdo.: _____

IMPRESO DE SOLICITUD DE AYUDAS PARA ASISTENCIA A LAS REUNIONES CIENTÍFICAS INTERNACIONALES

DATOS PERSONALES DEL SOLICITANTE:

Apellidos: _____ Nombre : _____

DNI o pasaporte: _____ Correo electrónico: _____

Dirección postal del Centro de Trabajo:

Centro de Trabajo: _____

Calle o plaza: _____ nº: _____

Localidad: _____ CP: _____ Provincia: _____

Teléfono: _____ Fax: : _____

SOLICITA:

AYUDA para asistencia al CONGRESO/REUNIÓN _____

_____ organizado por _____

_____, que se celebra en _____

_____ durante los días _____ de _____ del 200__,

según las condiciones que figuran en el Anexo.

DATOS DE LA COMUNICACIÓN QUE SE PRESENTA:

Título y autores: _____

_____ Exposición Oral Exposición Cartel**OTRAS SUBVENCIONES:**

¿Se han solicitado otras ayudas para la asistencia al Congreso?

 SI Cite cuáles: _____ NO**DOCUMENTACIÓN QUE SE ADJUNTA:** Carta del Director de Tesis, Proyecto o del Grupo de Trabajo, certificando los puntos 1.1. a 1.3 del Anexo. Justificante de aceptación de la Comunicación que se presenta al Congreso. *Currículum Vitae* del solicitante. Otros que considera de interés (especificar): _____

En _____, ____ de _____ de 201__

Fdo.: _____

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

Dr. F. Javier Santos
Departamento de Química Analítica
Facultad de Química, Universidad de Barcelona
Avda. Diagonal 647, 3^{er} piso. 08028-Barcelona
E-mail: javier.santos@ub.edu

Cuota año 2011: 30 €

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

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

HOJA DE INSCRIPCION

Apellidos Nombre

DNI

Domicilio particular:

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono Correo electrónico

Industria u organización

.....

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono FAX Correo electrónico

DATOS BANCARIOS

Banco/Caja de Ahorros

Sucursal

Dirección Ciudad.....

D.

Con domicilio en

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

Entidad Oficina D.C. Número de cuenta

en esta Sucursal, ruega a usted se digne dar las órdenes oportunas para que con cargo a dicha cuenta sean abonados los recibos de mi cuota anual de socio que les serán presentados al cobro por la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

Atentamente le saluda,

En..... a.....de.....de 2011

Firma:



Productos Analítica / Sigma-Aldrich

 **SUPELCO**
Analytical

 **Fluka**
Analytical

Diseñados especialmente para sus Aplicaciones Analíticas



Sigma-Aldrich Química

Ronda de Poniente, 3

28760 TRES CANTOS

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

Acquity 
UPLC® CLASS



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