

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

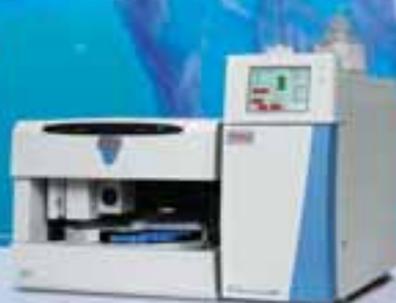
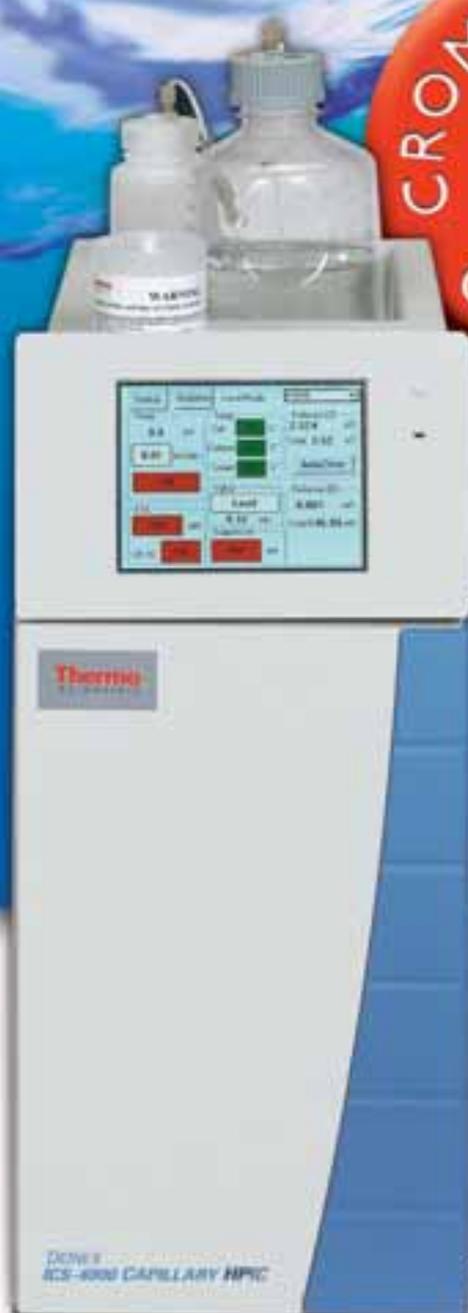
33

BOLETIN DE LA SECYTA
VOLUMEN 33 NÚM. 1 (2012)
WWW.SECYTA.ORG

HPIC

Mayor resolución, análisis más rápidos

CROMATOGRAFIA
ICS
4000
CAPILAR



El nuevo equipo de
DIONEX **Thermo**



VERTEX
Technics

www.vertex.es



ISO 9001:2008

Barcelona
C/ Comercio, 12
08902 L'Hospitalet de Llob.
Tel. 932 233 333
Fax 932 232 220

Madrid
C/ Sofia, 177 j, local C
28022 Madrid
Tel. 913 240 014
Fax 913 134 753

Bilbao
944 471 999

Vigo
986 200 366

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, Junio de 2012 Vol. 33, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

2 **EDITORIAL**

ARTÍCULOS

3 Potencial de las técnicas electroforéticas y cromatográficas para determinar la composición aniónica en residuos de artefactos incendiarios improvisados. *C. Martín-Alberca y C. García-Ruiz.*

12 Dispersión de matriz en fase sólida. *Miren Pena-Abaurrea.*

NOTICIAS DE LA SECyTA

27 XII Reunión científica de la SECyTA (41ª Reunión científica del GCTA)

30 Nuevos socios

31 Junta de Gobierno de la SECyTA (2012)

INFORMACIONES

33 Calendario de Actividades

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

34 Artículos de interés

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

37 Novedades técnicas

IMPRESOS DE SOLICITUDES DE AYUDAS PARA CONGRESOS

Redacción: María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)
Ana Cristina Soria Monzón (acsoria@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 (CSIC-UAM).
Nicolás Cabrera 8, 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

Colaboradores: R.M. Marcé, L. Ramos.

Depósito legal: M-1902-1975

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

Diseño de portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

LÍNEAS DE ACTUACIÓN

En Noviembre del pasado año, en el contexto de las últimas JAIs, se celebró la asamblea anual de la SECyTA, donde se llevaron a cabo elecciones para renovar parte de la Junta Directiva, y tuve el honor de ser elegida presidenta. También fueron elegidos Belén Gómara y Jordi Díaz Ferrero para los cargos de secretaria y tesorero. Durante este acto, despedimos a la junta anterior, presidida por el Dr. Joan Grimalt, y quiero que mis primeras palabras sean de agradecimiento por su trabajo, dedicación y dinamización de la Sociedad. Durante los 4 años en los que el Dr. Grimalt ha sido presidente de nuestra Sociedad, se ha mantenido e incluso mejorado tanto la calidad científica de los trabajos presentados a las reuniones anuales como la internacionalización de las mismas. Basta citar la celebración de la X Reunión de la SECyTA en el marco de la 28th ISC celebrada en Valencia en el año 2010, que fue un éxito de participación tanto de científicos españoles, como de otros países del mundo, y de casas comerciales, lo que proporcionó una proyección internacional difícil de conseguir por otras vías. También quiero expresar mi agradecimiento al resto de los componentes de la Junta saliente, especialmente a su secretario, el Dr. Javier Santos, y la tesorera, la Dra. Begoña Jiménez, porque todos somos conscientes de la inmensa y buena gestión que han realizado durante este periodo. Asimismo, quiero agradecer a los que con su esfuerzo y su buen hacer hacen que nuestro Boletín siga siendo, junto con las reuniones anuales, un excelente foro de discusión sobre las técnicas de separación.

Tomar las riendas de la SECyTA, me produce una gran satisfacción y una gran inquietud, porque mantener el alto nivel alcanzado por los miembros de las Juntas anteriores no va a ser una empresa fácil. He sido testigo, desde casi sus inicios en el año 1973, de la evolución del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines de la Real Sociedad de Física y Química, en el que unos pocos cromatografistas se reunían cada dos años para intercambiar información sobre los avances científicos de las técnicas de separación y discutían sobre los posibles problemas y sus soluciones. Hoy en día, y bajo el nombre de otra sociedad, la SECyTA, nuestras reuniones anuales cuentan con la presencia de numerosos investigadores extranjeros de reconocido prestigio, las discusiones científicas se centran en las últimas novedades de las técnicas de separación y la calidad de los trabajos presentados viene avalada por la publicación de muchos de ellos en revistas científicas de elevado prestigio como *Journal of Chromatography* y *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. Además, desde hace varios años, la SECyTA está integrada en la *European Society for Separation Sciences (EuSSS)*, de la que forman parte la mayoría de las Sociedades Europeas relacionadas con las técnicas de separación.

Como podéis deducir, mi intención es continuar con la labor realizada hasta ahora, y aunque va a ser difícil, intentar mejorarla. Las líneas centrales de actuación, similares a las de la Junta anterior van a ser las siguientes:

Continuar trabajando en mantener y, si es posible, mejorar la calidad de las reuniones científicas anuales de la Sociedad. Las reuniones científicas tienen que seguir siendo nuestro principal punto de encuentro y foro de discusión. Me gustaría mantener su internacionalización mediante la celebración conjunta de algunas de nuestras reuniones anuales con las de otras sociedades internacionales, la invitación de investigadores de prestigio internacional y la publicación de los trabajos presentados en revistas científicas de reconocido prestigio en el campo de las técnicas de separación.

Hacer un especial esfuerzo en potenciar la política de becas para que el número de jóvenes investigadores que sean miembros de nuestra Sociedad, que asistan a nuestras reuniones y a los congresos internacionales relacionados con las técnicas de separación sea cada vez mayor. Estoy plenamente convencida de que la asistencia de los jóvenes investigadores a nuestras reuniones es la mejor forma de dinamizar nuestra Sociedad.

Intentar incrementar la participación de los socios en la elaboración del Boletín "Cromatografía y Técnicas Afines" y la página web, para que la comunicación entre los socios y la difusión de nuestras actividades científicas a la sociedad sea más dinámica y más activa. Quiero aprovechar la ocasión para felicitar al equipo de redacción de la revista y a los que mantienen la página web, que en mi opinión merecen un reconocimiento.

Mantener y estrechar las colaboraciones que la Sociedad siempre ha tenido con las casas comerciales de instrumentación científica y consumibles de cromatografía y técnicas afines, que siempre ha sido muy satisfactoria por ambas partes.

Sé que vienen tiempos difíciles, que durante unos años la financiación va a ser más complicada de conseguir que hasta ahora, y que vamos a tener que agudizar el ingenio para seguir manteniendo el nivel de calidad alcanzado en los últimos años con tanto esfuerzo. Desde aquí quiero enviar un mensaje de esperanza, sobre todo a los más jóvenes, para que sepan que la actual junta de gobierno de la SECyTA va a poner un empeño especial en ello.

La XII Reunión Científica de la SECyTA se va a celebrar en Tarragona, del 14 al 16 de Noviembre. La Dra. Rosa Maria Marcé, de la Universidad Rovira i Virgili es la organizadora y nos está preparando un programa científico muy atractivo en el que tendremos ocasión de asistir a debates sobre los últimos avances científicos en las técnicas de separación. Toda la información sobre la reunión se encuentra en la página web de la SECyTA y, desde la presidencia, animo a todos los miembros de la Sociedad a asistir a esta reunión, en la que como siempre habrá también actividades lúdicas y se celebrará nuestra asamblea anual.

No quisiera terminar sin agradecer a todos la confianza puesta en la nueva Junta y personalmente en mí como presidenta.

María José González Carlos
Presidenta de la SECyTA

ARTÍCULOS

Potencial de las técnicas electroforéticas y cromatográficas para determinar la composición aniónica en residuos de artefactos incendiarios improvisados.

C. Martín-Alberca^{a,b}, C. García-Ruiz^{a,b,*}

^a Instituto Universitario de Investigación en Ciencias Policiales (IUICP), Facultad de Ciencias, Universidad de Alcalá, Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares (Madrid), España.

^b Departamento de Química Analítica, Edificio Polivalente de Químicas, Universidad de Alcalá. Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares (Madrid), España.

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

Teléfono: + 34-91-8856431

Fax: + 34-91-8854971

Sitio web del grupo de investigación: www.inquifor.com

RESUMEN

En este artículo se describen los artefactos incendiarios improvisados (IIDs) y el interés forense que tiene su análisis. Los IIDs son dispositivos con alto poder destructivo que han sido utilizados ampliamente durante el último siglo y de forma creciente en los últimos años. Su análisis tiene un gran interés forense debido a que gran parte de los casos estudiados anualmente en el área de explosivos de los laboratorios forenses oficiales están relacionados con residuos de IIDs. Se pueden realizar diferentes tipos de análisis sobre estos artefactos mediante distintas técnicas. Entre estos, tiene gran importancia la composición de iones inorgánicos de los restos analizados. Este trabajo se centra en las técnicas separativas que tienen mayor potencial para determinar la composición aniónica de estos dispositivos. En este contexto, la electroforesis capilar (CE) y la cromatografía iónica (IC) son las técnicas más importantes. De hecho, estas técnicas son las que más se han utilizado para analizar residuos de artefactos explosivos improvisados (IEDs), dispositivos que pueden contener reactivos similares, aunque en cantidades y/o combinaciones diferentes, a los utilizados en IIDs. Por este motivo, en este trabajo se han recogido las metodologías aplicadas para determinar la composición aniónica en residuos de IEDs analizados mediante CE e IC.

1. LOS ARTEFACTOS INCENDIARIOS IMPROVISADOS Y SU INTERÉS FORENSE

A lo largo de la historia de la humanidad, el fuego ha sido uno de los avances técnicos más trascendentales, convirtiéndose desde muy pronto en un bien importante y necesario para la vida humana. Además, constituye uno de los elementos responsables de la cultura del hombre.

Entre los primitivos usos del fuego, y todas sus ventajas conocidas en la actualidad, destacan sus funciones como arma de defensa y ataque. Estos usos se mantienen hasta el día de hoy, debido a que es uno de los elementos que más temor ha ocasionado al hombre, y es por esto que es una de las armas preferidas para producir daño. El fuego se ha utilizado para elaborar artefactos incendiarios de todo tipo, desde las antorchas y flechas incendiarias más rudimentarias, hasta las bombas incendiarias industriales que se fabrican en la actualidad. Los usos que se le pueden dar a estos artefactos pueden ser tan diferentes como alejar animales depredadores, como elemento de tortura y ejecución, o como arma de guerra entre otros. Por lo tanto, un artefacto incendiario abarca desde un artefacto sencillo, elaborado de forma casera, casi artesanal, y con escaso potencial destructivo, hasta un dispositivo más avanzado, ya sea casero o industrial, proyectado para causar el mayor daño posible mediante la creación de vigorosos fuegos.

Una posible definición de artefacto incendiario es: “cualquier bomba o dispositivo incendiario, concebido o adaptado para causar daño físico a personas o bienes por medio del fuego, y que consiste en una sustancia o agente incendiario y un medio para encenderlo” [1]. A partir de esta definición se podrían identificar infinidad de dispositivos, así como realizar diferentes clasificaciones atendiendo a diferentes criterios, como por ejemplo:

- En función del modo de iniciación del artefacto: existen un sinnúmero de formas de ignición. Se puede realizar a través de reacciones químicas, por presión o impacto, prendiendo fuego de forma directa, por medio de control remoto (detonador eléctrico), utilizando una mecha o cordón detonante, etc.
- Atendiendo al modo de actuación del dispositivo: esto es según la manera en la que se produce el

incendio. Distinguiendo dos grandes grupos, los de tipo dispersivo y los de tipo intensivo. Los de tipo dispersivo, al estallar, esparcen su contenido incendiario por una amplia zona con la intención de provocar diferentes incendios simultáneos sobre materiales fácilmente inflamables o combustibles. Los de tipo intensivo están ideados para producir fuego en el punto concreto en el que estallan, concentrando todo su contenido en un mismo lugar [2].

- Dependiendo del origen de los materiales utilizados: pueden elaborarse a partir de materiales militares, pero también a partir de productos químicos de uso agrícola o doméstico [3].

Pero, entre el amplio rango de posibles clasificaciones, hay una distinción que acapara especial atención en la ciencia forense actual. Esta diferenciación es, si se trata de un artefacto de carácter industrial o si es de tipo “improvisado”. La diferencia básica entre ambos tipos es la forma de elaboración o fabricación del dispositivo. Un artefacto incendiario industrial o “no improvisado” es el que se fabrica bajo parámetros técnicos definidos, de acuerdo con normas y convenios. Esto permite que estos dispositivos sean individualizados, determinando así su uso, alcance, fabricación, composición, funcionamiento, etc. lo que hace posible su rastreo. Mientras que un artefacto incendiario improvisado o, como se conoce en terminología inglesa, *Improvised Incendiary Device* (IID) [2], es aquel dispositivo elaborado sin parámetros técnicos definidos y fuera de las normas convencionales. Se fabrica con casi cualquier tipo de material y su eficacia depende principalmente del ingenio de quien los fabrica e instala [3].

Centrando la atención en los IIDs, se puede comentar que este tipo de artefactos incendiarios se suelen identificar (y, por lo tanto, clasificar) como un tipo de artefacto explosivo improvisado o, como se conoce en terminología inglesa, *Improvised Explosive Device* (IED). La definición proporcionada por la OTAN de estos dispositivos dice que: “*un IED es un artefacto ubicado o fabricado de forma improvisada, incorporando agentes destructivos, nocivos letales, químicos incendiarios o pirotécnicos y diseñado para destruir o incapacitar, acosar o distraer. Puede incorporar material militar, pero normalmente se idea a partir de componentes no militares*” [4]. Por lo tanto, de esta definición se extrae que todos los IIDs se podrían considerar como un tipo de IED. Sin embargo, es importante estudiar los dispositivos incendiarios de forma individual y separada de los IEDs, ya que sus características son, en parte, distintas, a pesar de que los fines puedan ser los mismos.

Como características principales de un IID destacan, la dificultad para su elaboración, que suele ser baja, y su coste económico, asequible. De ahí su popularidad. Para su preparación existen manuales accesibles a cualquier usuario de internet, aunque también podrían elaborarse con un poco de imaginación y conocimientos químicos. Existen infinidad de materiales, reactivos químicos, productos inflamables y/o combustibles con los que se pueden elaborar, y casi todos se pueden adquirir legalmente. Por ejemplo, derivados del petróleo como la gasolina, gasóleo o queroseno, alcoholes, aceites, lejías, disolventes, reactivos químicos como el ácido sulfúrico, el magnesio, el óxido de calcio, sales como el clorato de potasio, el carbonato de calcio, o compuestos tan usuales como el azúcar, glicerina, etc. Hay otros muchos ejemplos de productos químicos, los cuales son habituales en la fabricación industrial de artefactos incendiarios para uso militar, pero que también se pueden utilizar para elaborar IIDs. Estos son la Termita, la nitrocelulosa, el fósforo blanco, el trifluoruro de cloro, etc. Debido a que la adquisición de alguno de ellos puede ser más complicada, existen manuales de elaboración de estos compuestos a partir de materiales de fácil obtención, como ocurre en el caso de inflamables gelatinosos como el Napalm.

Algunas propiedades a destacar que deben tener los dispositivos incendiarios caseros para cumplir sus objetivos con eficiencia son: quemar persistentemente durante un tiempo prolongado y a temperatura muy alta, además de provocar fuegos difíciles de extinguir y que se extiendan por el área más amplia posible. Algunos de estos dispositivos disponen de sistemas de retardo en su iniciación, actuando como si se tratase de un temporizador, permitiendo colocar el artefacto en el objetivo a incendiar y escapar. Otras particularidades importantes son: que no se deterioren sus propiedades durante su almacenamiento, que sean fácilmente manipulables y seguros, así como que el sistema de ignición sea eficaz, estable y sencillo [5].

En la actualidad, algunas fuentes apuntan a que el uso de artefactos incendiarios es tres veces superior al de los artefactos explosivos [3, 6], constituyéndose en una plaga contemporánea que merece especial atención porque provoca multitud de pérdidas humanas y materiales (especialmente ecológicas). Esto se debe a que, un artefacto incendiario de calidad se puede improvisar más fácilmente que uno con características explosivas. Normalmente, un IID se utiliza para atacar bienes públicos o privados. También son habituales en manifestaciones violentas o actuaciones terroristas. La intención de su uso suele ser causar daños económicos, provocar dis-

turbios y debilitar la confianza de los ciudadanos (impacto psicológico) en lugar de causar víctimas en masa. Pero quien utiliza uno de estos dispositivos es consciente de que los ataques con IIDs pueden provocar víctimas de forma indirecta, ya sea por la provocación de incendios en lugares cerrados (hay casos en los que se han empleado sobre vehículos oficiales con agentes de los cuerpos y fuerzas de seguridad en su interior) o por estampidas entre una multitud de ciudadanos. Otros propósitos pueden ser el de provocar incendios forestales o utilizarse como señuelos para atraer a otros objetivos de interés, de forma que, tras un primer ataque con IIDs, se produce un segundo ataque con artefactos explosivos. Esta táctica fue utilizada por la organización terrorista del IRA, en Irlanda del Norte, durante los años 1970 y 1980 [7]. Otro ejemplo conocido es el de los atentados terroristas del 11 de septiembre de 2001 en Nueva York, donde los aviones siniestrados se usaron para producir grandes incendios que destruyesen las Torres Gemelas [2]. Un ejemplo concreto de uso de artefactos incendiarios no improvisados es el de los ataques perpetrados sobre ciudades como Nürenberg (Alemania) y Tokio (Japón), destruidas por el fuego producido por estos artefactos durante la Segunda Guerra Mundial [8, 9].

Algunos ejemplos concretos de IIDs, ordenados por orden alfabético, son [10]:

- Bombas de “Drano”: el Drano es un producto de limpieza compuesto por sosa, nitrato de sodio, cloruro de sodio y aluminio. En combinación con un inflamable como la gasolina puede resultar muy destructivo.
- Bombillas de luz, bombillas incendiarias o focobomba: una bombilla común puede ser utilizada como un IID. Basta con inyectar un producto inflamable en su interior y colocarla en el portalámparas.
- Caja o Cajetilla incendiaria: se trata de un sistema de ignición con retardo, escondido dentro de un paquete de cigarrillos. Se basa en una reacción exotérmica entre un ácido fuerte, una sal de clorato y azúcar. Estos reactivos quedan dispuestos en diferentes compartimentos creados con preservativos. Esta cajetilla está ideada para disponerla sobre algún material combustible (ropa o papel) o inflamable.
- Cóctel Molotov: artefacto de fácil preparación y sencillo uso. Existen versiones mejoradas que permiten su ignición mediante una reacción química exotérmica y que presentan un mayor poder destruc-

tivo al incluir ácido sulfúrico en su composición. A modo de ejemplo, la **Figura 1** muestra el aspecto de un dispositivo de este tipo y su efecto.

- *Fuel-air* explosivo (FAE): híbrido de artefacto incendiario y explosivo, de alto poder destructivo, ideado para abarcar áreas grandes de terreno. Utiliza los vapores producidos por algunos combustibles hidrocarbonados. La nube producida por esos vapores es iniciada con explosivos de alto poder energético.
- Fuego Griego: este IID fue utilizado por el Imperio Bizantino, preferentemente en batallas navales debido a que es capaz de arder sobre agua. Es el predecesor del Napalm. Algunas composiciones avanzadas incluyen un sistema de ignición al contacto con el agua y de autoabastecimiento de oxígeno, producido por la propia reacción tras incendiarse.
- Paquetes incendiarios: elaborados con glicerina y hipoclorito de calcio como sistema iniciador con retardo (unos 30 segundos hasta que se inicia el combustible).

Otros artefactos no improvisados de uso militar, con gran popularidad son:

- Bombas incendiarias: dispositivos que inician fuegos. Usan materiales como el Napalm, Termita, magnesio o el fósforo blanco. Hay una gran variabilidad de versiones: de mano, híbridas o acopladas a artefactos explosivos, bombas incendiarias de racimo, etc.
- Lanzallamas: artefacto mecánico que proyecta una corriente de fuego, controlado y prolongable en el tiempo. Funciona con gas, líquidos inflamables o Napalm. Es de producción industrial, pero también existen manuales para su fabricación casera.

Debido a la peligrosidad de estos artefactos, los daños que pueden causar y su facilidad de uso, es importante realizar estudios concretos sobre residuos de artefactos incendiarios que ayuden a esclarecer los hechos acontecidos a través de una investigación forense/criminal. Actualmente, en el área de explosivos de los laboratorios forenses oficiales, los casos relacionados con IIDs y material pirotécnico suele rondar entre el 80-90% del volumen anual de trabajo. Los químicos forenses tratan de identificar los reactivos químicos utilizados en la elaboración de estos artefactos, y si es posible, determinar su composición a partir de los vestigios recibidos e intentar

sacar conclusiones sobre su preparación, el mecanismo de ignición, etc. Pero la problemática presente en los laboratorios forenses es la ausencia de metodologías analíticas específicas para IIDs. Aunque hay diferencias importantes entre IIDs e IEDs, los reactivos utilizados pueden ser similares, aunque se utilicen en cantidades y/o combinaciones diferentes. Debido a la analogía en la composición de uno y otro tipo de artefactos, a día de hoy se emplean, para analizar IIDs, los métodos desarrollados para IEDs. Pero deben comprobarse y validarse para el análisis de diferentes artefactos incendiarios.

Uno de los análisis requeridos sobre los residuos de IEDs o IIDs es la búsqueda de iones inorgánicos, entre ellos, los cationes sodio, magnesio, amonio o calcio, y los aniones clorato, perclorato, sulfato o azida. Tras el uso de estos artefactos, se genera una cantidad significativa de residuos inorgánicos procedentes de su sistema iniciador o su composición incendiaria, los cuales contienen gran variedad de componentes producidos por las reacciones dadas en el artefacto y por los reactivos originales no consumidos. De entre los diferentes iones, los aniones producidos al emplear estos artefactos suelen proporcionar una gran capacidad discriminativa e identificativa, permitiendo indicar los reactivos químicos utilizados en la elaboración de los mismos. Por lo tanto, un químico forense, apoyándose en diferentes técnicas separativas, podría identificar la composición del artefacto y, entre otras características, si el artefacto incluía una mezcla explosiva (un IED) o incendiaria (un IID), o bien una combinación de ambos.

Como se muestra en la **Figura 2**, entre las distintas técnicas de análisis aplicables a residuos de IIDs, encontramos los destinados específicamente a determinar la composición iónica de los residuos del dispositivo, puesto que pueden aportar información importante sobre la composición inicial del artefacto. La determinación de los compuestos inorgánicos presentes en residuos de IEDs se han realizado principalmente mediante electroforesis capilar (CE) [11-17] y cromatografía iónica (IC) [11, 13, 18-21]. Otra técnica importante en el análisis de restos de IIDs sería la cromatografía de gases (GC), útil para identificar compuestos volátiles como gasolinas o alcoholes.

Por lo tanto, en este trabajo se recogen los métodos utilizados en los últimos años para determinar el contenido aniónico en residuos de IEDs mediante las técnicas de CE e IC, con el objetivo de orientar sobre la metodología más adecuada para detectar aniones identificativos de los diferentes componentes de IIDs a partir del análisis de sus residuos.

2. DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN ANIÓNICA EN ARTEFACTOS INCENDIARIOS IMPROVISADOS MEDIANTE TÉCNICAS DE SEPARACIÓN

El estudio de muestras forenses requiere una minuciosa investigación científico-técnica sistematizada y estandarizada, donde los resultados obtenidos sean reproducibles y no presenten ambigüedades. Estas muestras deben asegurar técnicamente sus características originales, desde su recolección hasta su disposición final, con el propósito de llevarlas a los diferentes laboratorios oficiales donde se realizarán los análisis estipulados. Por lo tanto, el sistema de estudio forense implica la realización de los análisis de forma que asegure que las muestras sean tratadas, analizadas e informadas con unos criterios de calidad que aseguren la fiabilidad de los resultados. Las posibles fuentes de contaminación son un dato importante a tener en cuenta al examinar residuos de artefactos de esta índole, puesto que pueden conducir a errores o invalidar procesos judiciales. Para cumplir con todo esto, es necesario disponer de métodos analíticos validados con el fin de obtener resultados fiables para este tipo de muestras.

Una vez que se aplica el método analítico, los resultados obtenidos se deben redactar en un informe científico-técnico (el informe pericial) donde queden reflejados los diferentes análisis realizados sobre una muestra forense (métodos y medios), así como los resultados y las conclusiones obtenidas, expuestos de forma razonada y coherente. Además, en el caso de existir la posibilidad, se deberá hacer uso de técnicas analíticas diferentes o complementarias para realizar un mismo tipo de análisis. La razón de esto es comparar los diferentes análisis y confirmar el resultado [22].

Por todo lo expuesto, en este apartado se abordarán las dos técnicas de separación más ampliamente utilizadas para determinar los aniones presentes en residuos de IEDs. En concreto, se describirán las principales aplicaciones desarrolladas utilizando las técnicas de CE e IC para el análisis de muestras de residuos de IEDs, haciendo hincapié en los parámetros operacionales más adecuados para abordar la determinación de aniones de interés en estos artefactos.

2.1. DETERMINACIÓN DE ANIONES MEDIANTE CE

La CE es una técnica analítica de separación basada en la diferente velocidad y sentido de migración que presentan los iones sometidos a un campo eléctrico en el

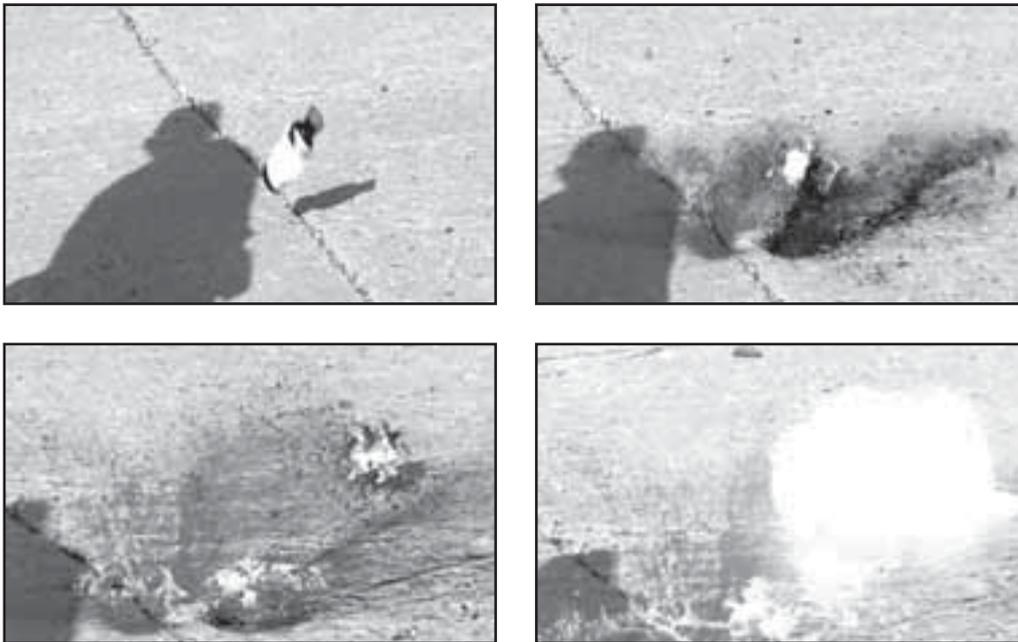


Figura 1. Cóctel Molotov de iniciación química. En la imagen situada arriba a la izquierda se observa el artefacto instantes antes de chocar contra una superficie firme. En la segunda imagen se muestra el impacto. En la fotografía situada abajo a la izquierda se aprecia la iniciación del fuego debido a la reacción exotérmica producida entre los componentes químicos con los que se elabora el cóctel. En la imagen de abajo y a la derecha se observa la propagación del fuego por todo el líquido inflamable que contenía el artefacto y que se ha derramado.

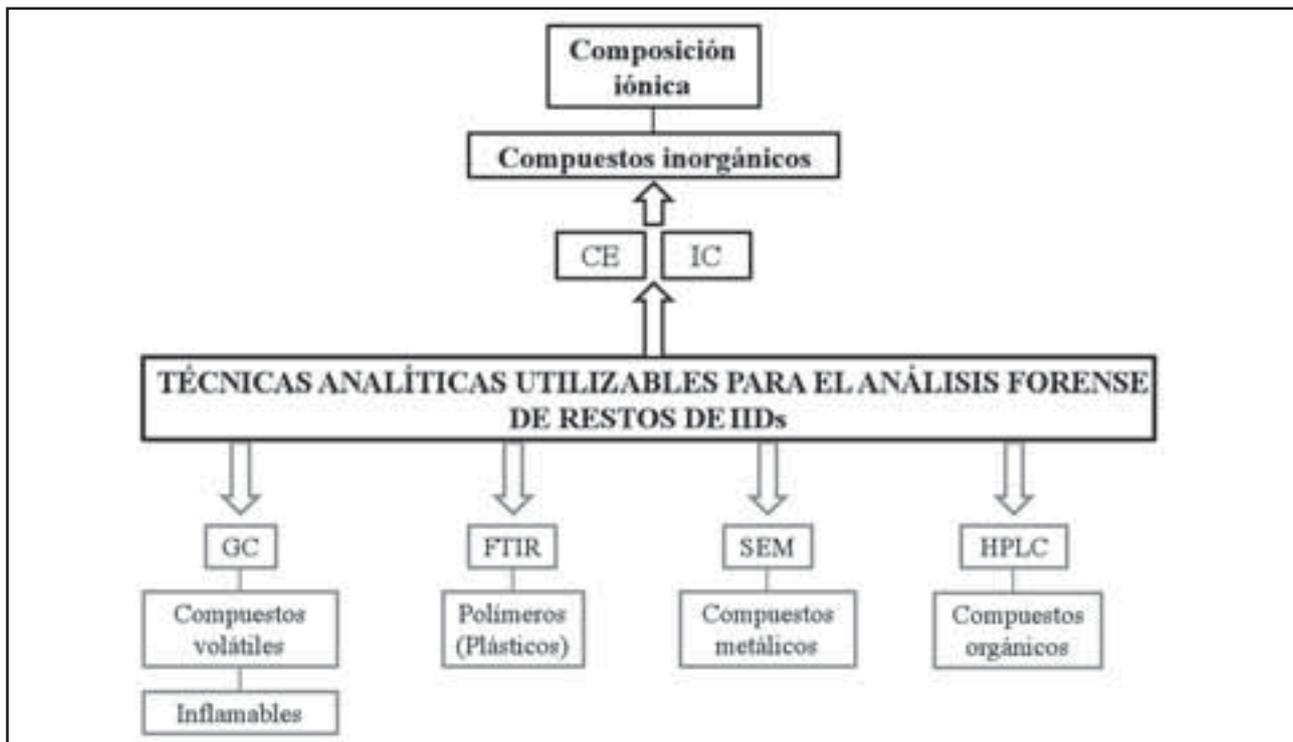


Figura 2. Esquema resumen de las distintas técnicas analíticas utilizables para el análisis de residuos de IIDs.

seno de un fluido semiconductor. Esta técnica, en su modo más sencillo (electroforesis capilar en zona) permite separar los diferentes aniones presentes en una matriz compleja en función de su carga y radio hidrodinámico. Características como la sencillez y rapidez de las separaciones, las pequeñas cantidades requeridas de muestra y la posibilidad de automatización, hacen que esta técnica sea adecuada para realizar análisis forenses. Además, durante los últimos años se han desarrollado equipos portátiles, lo que posibilitaría llevar un equipo de CE al lugar del hecho delictivo [15, 17]. Los detectores más utilizados para estos fines son los basados en absorción ultravioleta (UV) indirecta, con límites de detección (LODs) entre 1 ppm ($\mu\text{g mL}^{-1}$) y varios cientos de ppbs (ng mL^{-1}). Otro detector ampliamente usado es el basado en medidas de conductividad sin contacto directo entre los electrodos de detección y la disolución reguladora con los componentes de la muestra. Este modo de detección sin contacto directo se caracteriza por su robustez y sensibilidad [17]. De hecho, los LODs logrados con este detector llegan hasta las decenas de ppbs.

En la **Tabla 1**, se incluyen algunos métodos de separación descritos en la bibliografía para la determinación de aniones en residuos de IEDs, los cuales podrían utilizarse para el estudio de aniones presentes en residuos de IIDs. Como se puede observar, las muestras analizadas proceden de dispositivos explosivos. Algunos materiales utilizados en estos artefactos son, la pólvora (negra), compuesta por carbón (grafito), nitrato de potasio y azufre entre otros compuestos. También se han analizado residuos procedentes de Pyrodex RS, una pólvora negra sin humo comercial, cuya fórmula es parecida a la clásica pólvora negra. Otros residuos estudiados proceden de explosivos caseros elaborados con sales de clorato, perclorato o nitrato y materiales combustibles.

Como se observa en la **Tabla 1**, los tampones de separación utilizados en estos procedimientos de análisis suelen estar basados en cromato. El cromato se utiliza porque absorbe en el espectro visible a una longitud de onda a la cual los aniones de interés no absorben. Por esta razón, se emplea siempre detección indirecta en la región UV (254, 280 o 370 nm). Los LODs alcanzados mediante este tipo de detección están comprendidos entre 0.2 y 3 $\mu\text{g mL}^{-1}$. Además, los tampones de separación basados en cromato suelen contener aditivos como alcoholes (butanol, metanol), agentes complejantes (óxido de cromo (VI)) o polímeros (2,4-ionene). Los agentes complejantes se emplean para modificar la movilidad electroforética de los iones y afectar la selectividad de separación. Así, el óxido de cromo (VI) se ha utilizado ampliamente para

mejorar la resolución entre los picos de los aniones sulfato y cloruro. Ambos aniones tienen una movilidad electroforética muy elevada y con frecuencia se solapan en una separación por CE. El 2,4-ionene es un polímero muy hidrofílico con alta densidad de carga que forma pares iónicos y que modifica de forma irreversible la pared del capilar [12].

Otro aditivo empleado es el butanol, el cual favorece la estabilidad de esos pares iónicos. También se ha utilizado el dietilentriamina (DETA) [11, 13], tanto para ajustar el pH del tampón como para modificar el flujo electroosmótico (EOF). El objetivo del uso de este compuesto es mejorar las separaciones, sobre todo de los aniones con doble carga como el fosfato o el sulfato. Ambos se ven afectados tanto por el pH al cual se realiza la separación como por la concentración de DETA (ambos aniones migran más lentamente a mayor cantidad de DETA en el tampón).

2.2. DETERMINACIÓN DE ANIONES MEDIANTE IC

La IC, permite la separación de los aniones contenidos en una muestra compleja basándose en la atracción entre los iones del soluto y los centros cargados unidos a la fase estacionaria. La alta resolución de esta técnica ha permitido desde los años 70, detectar niveles de $\mu\text{g mL}^{-1}$ de aniones y cationes en residuos de explosión.

En la **Tabla 2** se exponen los diferentes artículos encontrados en la bibliografía sobre análisis de IEDs mediante IC. Entre los residuos de sustancias explosivas estudiadas se mencionan el Donarit, el Ammon Gelit y el Geosit 3, compuestos conformados mayoritariamente por nitrato amónico además de otros reactivos minoritarios. Como recoge la **Tabla 2**, se han empleado distintas columnas cromatográficas. Cuando se emplea como fase estacionaria una amina cuaternaria, predomina el empleo de fases móviles basadas en tampones ftalato a pH ácido (4.2-4.6). Con columnas basadas en metacrilato se han empleado fases móviles de composición más compleja a pH básicos (pH 8.5). Aunque en IC se ha realizado detección UV indirecta a 280 nm, predomina el empleo de detección por conductividad. Por detección UV indirecta se consiguen unos LODs similares a los obtenidos por CE con este tipo de detección. Sin embargo, se ha conseguido mejorar la sensibilidad de detección, hasta dos órdenes de magnitud, cuando se opta por la detección por conductividad y un gradiente multi-etapas [18].

Tabla 1: Determinación de aniones en restos de IEDs analizados mediante CE.

Restos analizados	Análito	BGE	Parámetros instrumentales			LOD ($\mu\text{g mL}^{-1}$)	Ref.
			Capilar (Le x DI)	Inyección de muestra	Voltaje		
Pólvora en bomba de tubo	NO_3^- , SO_4^{2-} , NO_2^- , HCO_3^- , SCN^- , OCN^-	2 mM borato, 40 mM ácido bórico, 1.8 mM dicromato a pH 7.65. EOF modificado con 1 mM DETA	65 cm x 75 μm	Hydrodinámica 5 s	-20 kV	UV a 280 nm	[11]
Clorato de potasio - Vaselina	Cl^- , ClO_3^-	0.5 mM cromato, 0.05% 2,4-ionene, 10% n-butanol y 7% metanol	72 cm x 50 μm	Hydrodinámica (0.7 psi - 5 s o 15s)	-30 kV	UV a 254 nm	[12]
Artefacto explosivo casero	Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , N_3^- , CO_3^{2-}	2 mM borato, 40 mM ácido bórico, 1.8 mM dicromato a pH 7.65. EOF modificado con DETA	70 cm x 75 μm	Hydrodinámica 5 s	-20 kV	UV a 280 nm	[13]
Pólvora en bomba de tubo	NO_3^- , SO_4^{2-} , NO_2^- , HCO_3^- , SCN^- , OCN^- , HS^-	5 mM cromato y 5 mM Nice-Pak	60 cm x 75 μm	Hydrodinámica 30 s	-20 kV	UV a 254 nm	[14]
Pyrodex en bomba de tubo	Cl^- , NO_2^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , SCN^- , ClO_4^- , HCO_3^- , HS^- , OCN^-	10 mM óxido de cromo (VI), 10 mM cromato, 40 mM Tris a pH 8.05. EOF modificado con 1% HDMB					
Explosivo casero con clorato	Cl^- , ClO_3^-						
Explosivo comercial de alto poder energético ANFO	NO_3^-						
Perclorato/Azúcar	Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , ClO_4^- , CO_3^{2-}						
Clorato/Azufre/Aluminio	Cl^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, NO_3^- , SO_4^{2-} , ClO_3^- , F^- , CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$		88 cm x 50 μm	Hydrodinámica (0.4 psi - 30 s)	-25 kV	UV LED a 370 nm	[15]
Residuos de bomba de tubo	Cl^- , SO_4^{2-} , ClO_3^- , CO_3^{2-}	25 mM óxido de cromo (VI), 25 mM cromato, 100 mM Tris a pH 8.2 con 6% etanol. EOF modificado con 0.25% HDMB	96 cm x 50 μm	Electrocinética (-2 kV - 50 s)	-30 kV	UV a 254 nm	[16]
Perclorato/Azúcar	Cl^- , NO_3^- , ClO_4^- , CO_3^{2-}						
Clorato/Perclorato/Nitrato/Azufre/Carbón	Cl^- , ClO_3^- , NO_3^- , ClO_4^- , CO_3^{2-}	50 mM Tris, 50 mM CHES a pH 8.9 con 0,05% polietilamina y EOF modificado con 1% HDMB	25 cm x 25 μm	Electrocinética (-2 kV - 1 s)	-25 kV	Conductividad sin contacto	[17]

BGE: electrolito fondo; CHES: ciclohexil-2-aminometano ácido sulfónico; DETA: Dietilentriamina; DI: diámetro interno; EOF: flujo electro-osmótico; HDMB: bromuro de hexadimetilamina; LED: diodo de emisión de luz; Le: longitud efectiva; LOD: límite de detección; Tris: Tris (hidroximetil) aminometano; UV: ultra-violeta.

Tabla 2: Determinación de aniones en restos de IEDs analizados mediante IC.

Muestra	Analitos	Columna (Fase estacionaria)	Fase móvil	Parámetros instrumentales			LOD ($\mu\text{g mL}^{-1}$)	Ref.
				Flujo	Inyección	Supresión iónica		
Pólvora en bomba de tubo	Cl^- , NO_3^- , S^{2-} , SO_4^{2-} , NO_2^- , HCO_3^-	Vydac 302(C4,6 (amino cuaternaria)	1.5 mM Ácido isoftálico, pH 4.6	2.5 mL/min	25 μL	Sí	UV Indirecta a 280 nm	[11]
Clorato de potasio-Vaselina	Cl^- , ClO_3^-							
Pólvora en bomba de tubo	Cl^- , NO_3^- , NO_2^- , OCN^- , SO_4^{2-} , SCN^- , HS^-	Vydac 302(C4,6 (amino cuaternaria)	5 mM Ácido ftálico, 1.5 Ácido isoftálico, pH 4.6	2.5 mL/min	25 μL	Sí	UV Indirecta a 280 nm	[13]
Pyrodex en bomba de tubo	Cl^- , NO_3^- , NO_2^- , OCN^- , SO_4^{2-} , SCN^- , ClO_4^- , CO_3^{2-} , HS^-							
ANFO	Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-}							
Pólvora negra	Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-}	Dionex AS20 (Alcanol de ión amonio cuaternario)	Gradiente multi-etapas (5-100mM hidróxido de potasio)	-	-	Sí ¹¹	Conductividad	[18]
Artefactos de clorato o perclorato + azúcar	Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} y ClO_3^- (en artefacto clorato + azúcar) o ClO_4^- (en artefacto perclorato + azúcar)							
Pólvora	NO_3^- , SO_4^{2-}							
Pyrodex CTG	Cl^- , SO_4^{2-}	Waters IC-Pak anion HR (metaacrilato)	2.75 mM Ácido bórico, 0.37 mM D-ácido glucónico, 1.05 mM hidróxido de litio, 1.25 mM glicerol, 5.5 mM ácido octanosulfónico, 5% ACN, 0.6 mM hidróxido de tetraproil-amonio, pH 8.5	1 mL/min	20 μL	No	Conductividad	[19]
Clorato de potasio/Azúcar	Cl^- , ClO_3^- , SO_4^{2-}							
IMR 4350	Cl^- , SO_4^{2-}							
Donarit	Cl^- , ClO_3^- , SO_4^{2-} , NO_3^-	Spherisorb SAX (amino cuaternario), Nucleosil SB,	4 mM Hidrogeno ftalato de potasio a pH 4.2	2 mL/min	-	No	Conductividad	[20]
Ammon Gelit	Cl^- , ClO_3^- , SO_4^{2-} , NO_3^-	Hamilton PRP-X-100 (tri-metil amonio) y Wescan 269001						
Geosit 3	Cl^- , ClO_3^- , SO_4^{2-} , NO_3^-							

3. CONCLUSIONES

Los IIDs son dispositivos que tienen un gran interés forense debido a su uso creciente. Además, hoy en día, el análisis de estos dispositivos supone la mayor parte de los análisis requeridos en el área de explosivos de los laboratorios forenses oficiales.

La CE y la IC son las técnicas de separación más importantes para determinar la composición de aniones inorgánicos en residuos de IIDs. En CE se han empleado fundamentalmente tampones cromato y detección UV indirecta o detección por conductividad. En IC se han utilizado principalmente columnas con aminos cuaternarias y eluyentes basados en ácido ftálico a pH ácido junto con detección por conductividad.

Desde un punto de vista forense es importante disponer de métodos de análisis de IIDs complementarios que permitan comparar los resultados de los análisis de residuos de IIDs obtenidos. En este sentido, CE e IC podrían aplicarse, ya que se trata de técnicas con mecanismos de separación distintos, lo que permitiría confirmar los resultados obtenidos.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Sitio web: <http://definitions.uslegal.com/i/incendiary-device/>. Visitado en febrero de 2012.
- [2] Stephen A. Raynis, *Improvised Incendiary Devices: risk assessment, threats, vulnerabilities and consequences*, 2006, Naval Postgraduate School (EE.UU.).
- [3] Mario Germán Iguarán Aran, *Manual único de criminalística*, Imprenta Nacional de Colombia, Fiscalía General de la Nación, Rep. de Colombia. ISBN: 958-97762-3-X.
- [4] Allied joint doctrine for countering improvised explosive device (C-IED) - AJP-3.15. NATO/PfP. Documento sin clasificar (público), 2010.
- [5] John W. Mountcastle, *Flame On! U.S. Incendiary Weapons, 1918-1945*, White Mane Books, Shippenburg, Pennsylvania, 1999, Capítulo 1, pág 1.
- [6] Ignacio H. de la Mota, *Manual de seguridad contra atentados y secuestros*, Ed. Limusa, 1996.
- [7] Sitio web: www.x-rayscreener.com/?CategoryID=292&ArticleID=137&sg=1. Visitado en febrero de 2012.
- [8] Sitio web: <http://www.time.com/time/magazine/article/0,9171,797324,00.html>. Visitado en febrero de 2012.
- [9] Sitio web: <http://www.time.com/time/magazine/article/0,9171,775519,00.html>. Visitado en febrero de 2012.
- [10] David Harber, *The Anarchist Arsenal, Improvised Incendiary and Explosives Techniques*, Paladin Press, 1990, Boulder, Colorado, USA. ISBN: 0-87364-580-4.
- [11] K.A. Hargadon, B.R. McCord, *Explosive residue analysis by capillary electrophoresis and ion chromatography*, J. Chromatogr., 602 (1992) 241-247.
- [12] A. V. Pirogov, A. V. Yur'ev, y O. A. Shpigun, *Use of ionenes as capillary modifiers in the simultaneous determination of azide, chlorate, and perchlorate ions by capillary electrophoresis*, J. Anal. Chem., 8 (2003) 781-784.
- [13] B. R. McCord, K. A. Hargadon, K. E. Hall, S. G. Burmeister, *Forensic analysis of explosives using ion chromatographic methods*, Anal. Chim. Acta, 288 (1994) 43-56.
- [14] T. Kishi, J. Nakamura, H. Arai, *Application of capillary electrophoresis for the determination of inorganic ions in trace explosives and explosive residues*, Electrophoresis, 19 (1998) 3-5.
- [15] J. P. Hutchinson, C. J. Evenhuis, C. Johns, A. A. Kazarian, M. C. Breadmore, M. Macka, E. F. Hilder, R. M. Guijt, G. W. Dicinoski, y P. R. Haddad, *Identification of Inorganic Improvised Explosive Devices by analysis of postblast residues using portable capillary electrophoresis instrumentation and indirect photometric detection with a Light-Emitting Diode*-Anal. Chem. 79 (2007) 7005-7013.
- [16] C. Sarazin, N. Delaunay, A. Varenne, J. Vial, C. Costanza, V. Eudes, J-J. Minet, P. Gareil, *Identification and determination of inorganic anions in real extracts from pre- and post-blast residues by capillary electrophoresis*, J. Chromatogr. A, 1217 (2010) 6971-6978.
- [17] J. P. Hutchinson, C. Johns, M. C. Breadmore, E. F. Hilder, R. M. Guijt, C. Lennard, G. Dicinoski, P. R. Haddad, *Identification of inorganic ions in post-blast explosive residues using portable CE instrumentation and capacitively coupled contactless conductivity detection*, Electrophoresis, 29 (2008) 4593-4602.
- [18] C. Johns, R.A. Shellie, O.G. Potter, J.W. O'Reilly, J.P. Hutchinson, R. M. Guijt, M. C. Breadmore, E. F. Hilder, G. W. Dicinoski, P. R. Haddad, *Identification of homemade inorganic explosives by ion chromatographic analysis of post-blast residues*, J. Chromatogr. A, 1182 (2008) 205-214.
- [19] J. M. Doyle, M. L. Miller, B. R. McCord, D. A. McCollam, G. W. Mushrush, *A multicomponent mobile phase for ion chromatography applied to the separation of anions from the residue of low explosives*, Anal. Chem., 72 (2000) 2302-2307.
- [20] P. Kolla, *Trace analysis of salt based explosives by ion chromatography*, Forensic Sci. Int., 50 (1991) 217-226.
- [21] É. Tyrrell, G.W. Dicinoski, E.F. Hilder, R.A. Shellie, M.C. Breadmore, C.A. Pohl, P.R. Haddad, *Coupled reversed-phase and ion chromatographic system for the simultaneous identification of inorganic and organic explosives*, J. Chromatogr. A, 1218 (2011) 3007-3012.
- [22] TWGFEX (Technical Working Group for Fire and Explosives), Laboratory Explosion Group: Standards & Protocols Committee – Recommended Guidelines for Forensic Identification of Intact Explosives, http://www.ncfs.org/twgfex/docs/Guide_for_intact_explosives.pdf. Visitado en febrero de 2012.

Dispersión de matriz en fase sólida.

Miren Pena-Abaurrea

Dpto. Análisis Instrumental y Química Ambiental. IQOG-CSIC. Juan de la Cierva 3. 28006 Madrid.

E-mail: mpabaurrea@iqog.csic.es. Telf: (+34) 91 2587480. Fax: (+34) 91 5644853.

INTRODUCCIÓN

Durante la pasada década los avances tecnológicos en el campo analítico han permitido la mejora y el desarrollo de nuevas técnicas de extracción para su aplicación en análisis de compuestos orgánicos de interés en alimentos, matrices biológicas y medioambientales. A pesar de ello, el proceso de preparación de muestra sigue siendo el “cuello de botella” de estos procedimientos analíticos, especialmente en el caso de matrices complejas sólidas y semi-sólidas y, aún más, cuando se analizan niveles traza. La complejidad de estas muestras hace necesario la aplicación de técnicas de extracción sofisticadas y exhaustivas que, preferiblemente, simplifiquen y mejoren la eficacia de las técnicas convencionales usadas en el análisis de este tipo de contaminantes (ejemplo, extracción líquido-líquido, LLE, o Soxhlet). Estas técnicas convencionales suelen ser lentas y tediosas, ya que involucran sucesivos tratamientos de extracción y mucha manipulación por parte del analista. Por este motivo, en los últimos años uno de los objetivos perseguidos en este campo de investigación ha sido el desarrollo de técnicas de extracción más eficaces y versátiles. En el caso de las muestras sólidas y semi-sólidas, este desarrollo analítico ha sido más limitado que en el caso de las muestras líquidas, para las que ya se ha alcanzado un alto grado de automatización y el acoplamiento on-line con la etapa de determinación instrumental (e.j. SPE-LC o SPE-GC). El desarrollo de nuevas técnicas aceleradas de extracción, como la extracción con líquidos presurizada (PLE), extracción con agua subcrítica (SWE), la extracción asistida por microondas (MAE) y la extracción asistida por ultrasonidos (UAE), ha permitido acelerar el proceso de extracción para las muestras sólidas y semi-sólidas sin comprometer su eficacia respecto a las técnicas convencionales de extracción.

En comparación con estas técnicas aceleradas de extracción en las que se hace uso de altas temperaturas o/y presiones o de energía adicional, en la dispersión de matriz en fase sólida (MSPD), la extracción se lleva a cabo en condiciones ambientales. Aún así, se ha comprobado que la eficacia del proceso y los rendimientos de extracción son similares a los obtenidos con técnicas aceleradas. Además, no precisa de ningún equipamiento adicional.

La MSPD que fue introducida en 1989 por Barker y col. permite la rotura y extracción simultánea de matrices sólidas y semi-sólidas [1]. Las ventajas asociadas al uso de la extracción en fase sólida (SPE) en el tratamiento de muestras líquidas hicieron a Barker y col. considerar la posibilidad de desarrollar una aproximación similar para la preparación de muestras sólidas. El empaquetamiento directo del tejido homogeneizado en cartuchos de SPE resultaba ineficaz, ya que resultaba en el colapso de la columna. Sin embargo, se comprobó que si se mezclaba una proporción del tejido con tierras de diatomeas se conseguía un material homogéneo semi-seco que podía ser fácilmente empaquetado como adsorbente en la columna. Esta aproximación tenía muchas ventajas. Por un lado, se eliminaba la necesidad de precipitar los componentes celulares y la posterior centrifugación de los productos no deseados típicos de los tratamientos de LLE. Además, la muestra se dispersaba sobre la superficie de un adsorbente de manera que la superficie específica que quedaba expuesta al disolvente de extracción era mucho mayor. Esta aproximación se aplicó satisfactoriamente al aislamiento de compuestos neutros o moderadamente polares en distintas matrices biológicas complejas, incluyendo plasma, orina, heces, etc. [2]. Sin embargo, esta aproximación se consideró como una solución parcial al problema ya que los compuestos polares quedaban irreversiblemente adsorbidos en la columna.

Así, los autores, inspirados en la idea del uso de surfactantes, propusieron sustituir la tierra de diatomeas por un adsorbente que permitiese solubilizar los lípidos. Este material favorecería la rotura de la membrana celular por solubilización de los fosfolípidos y el colesterol en el agente dispersante. Además, los compuestos más polares (agua) se asociarían tanto con otros grupos polares presentes – por ejemplo, grupos silanoles- como con aquellos componentes de la matriz que tendieran a formar puentes de hidrógeno, quedando los analitos menos polares distribuidos de manera homogénea en toda la mezcla [3]. La inmovilización del agente dispersante en un soporte sólido evitaría los inconvenientes observados en otros procesos que trataban directamente la muestra con un surfactante. Los soportes podían ser fases poliméricas adheridas a C18, C3 o C8. Como muestra la **Figura 1**, la observación con microscopio electrónico de barrido (SEM) de la superficie de la mezcla de MSPD demostró

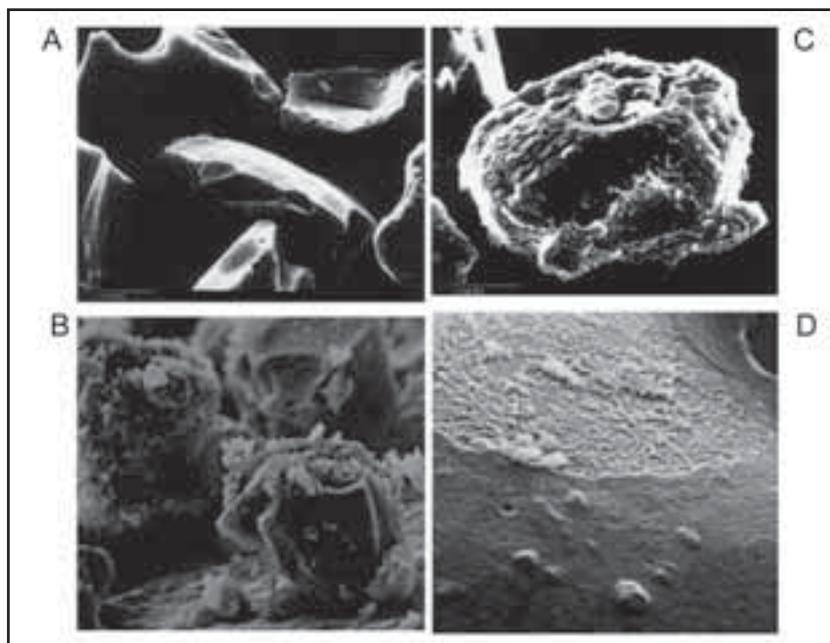


Figura 1. Imagen obtenida con microscopio electrónico de barrido (SEM, resolución 20 micrones) para (A) partículas de sílice derivatizadas con C18, (B) dispersión de tejido de hígado bovino con partículas de sílice, (C) la misma dispersión pero con sílice derivatizada con C18, y (D) detalle de la fina capa que forma la muestra en la superficie de la sílice con C18 (resolución 2 micrones). Figura tomada de [4], Copyright (2000) con permiso de Elsevier.

que el proceso de dispersión permitía la rotura completa de las células y la homogénea distribución de los componentes de la muestra sobre el adsorbente [4]. La eficacia del proceso dependía de la complejidad de la matriz investigada, de la relación muestra/adsorbente y de la naturaleza del disolvente de elución [5]. Los autores también comprobaron que las fuerzas mecánicas aplicadas durante el proceso de mezclado influían en la estructura de la MSPD. Aunque en un primer momento se pensó que este aspecto podía ser un inconveniente para el análisis de pequeñas cantidades de analito (< 100 ng/g) [1], estudios posteriores demostraron que, en realidad, este hecho no afecta al proceso de extracción [6].

La primera aplicación de la MSPD se basó en el análisis de medicamentos en una muestra de músculo bovino. 0,5 g de esta matriz se mezclaron con 2 g de C18 en un mortero hasta conseguir una mezcla semi-seca de aspecto homogéneo [1]. Esta mezcla se empaquetó en una columna de SPE de 10 mL de capacidad y se eluyeron por la columna cuatro fracciones consecutivas de hexano, benceno, acetato de etilo y metanol (8 mL cada una). Aunque los autores observaron la presencia de pequeñas cantidades de lípidos en las dos primeras fracciones, este hecho no parecía afectar a la correcta determinación de los analitos extraídos en estas fracciones (fentión y cumafos fue-

ron eluidos con hexano, y crufomato y famfur con benceno). Por tanto, no se necesitó una etapa de purificación adicional previo a su análisis por cromatografía de gases acoplada a detector de nitrógeno-fósforo (GC-NPD). En la tercera fracción se extrajeron componentes mayoritarios de la matriz y los benzimidazoles. La separación y posterior cuantificación de estos compuestos se llevó a cabo por cromatografía de líquidos acoplada a un detector de diodo array (LC-DAD). En este caso, tampoco fue necesaria una purificación extra del extracto inicial ya que se consiguió una separación selectiva de los benzimidazoles con recuperaciones en el intervalo 63-86 %. Finalmente, ciertos antibióticos fueron extraídos en la fracción metanólica. Sin embargo, en esta fracción también se eluyeron proteínas que hacían imposible el análisis directo por LC. Por ello, fue necesaria una purificación de este extracto previo a su análisis instrumental. Las recuperaciones de estos antibióticos también fueron satisfactorias (en el intervalo 72-86 %, salvo alguna excepción) y repetitivas (desviaciones estándares relativas, RSDs, inferiores al 9 %). Aunque este estudio no incluyó una validación final con una muestra real, la separación satisfactoria obtenida para los compuestos estudiados en la muestra suplementada demostró el potencial de la MSPD para su aplicación en el análisis de fármacos y sus metabolitos en tejidos animales.

Este estudio pionero sirvió de base para otros estudios en los que también se usó la MSPD para el aislamiento y determinación de fármacos en distintas matrices ambientales. Sin embargo, con el tiempo, el uso de la MSPD empezó a ser más general y sus aplicaciones en el campo medioambiental se ampliaron hacia nuevos micro-contaminantes y compuestos de origen natural. Estos trabajos científicos han quedado recogidos en las distintas revisiones que se han publicado sobre la MSPD [4,7-9].

Desde sus inicios, la MSPD ha experimentado un desarrollo rápido y sus aplicaciones cada vez abarcan más campos científicos. Es considerada una técnica rápida, relativamente poco costosa y sostenible, y, por tanto, una alternativa valiosa frente a otras técnicas de extracción más convencionales de uso general en laboratorios comerciales y de investigación, como la extracción sólido-líquido o con Soxhlet. Además, a diferencia de estas técnicas, la MSPD permite eliminar, al menos parcialmente, las etapas de purificación típicas en el análisis de muestras (semi-)sólidas y de matrices complejas. La preparación de muestra es, por tanto, más sencilla y con una menor manipulación de la muestra, lo cual implica un riesgo menor de pérdida o contaminación de los analitos. Por último, la MSPD puede llevarse a cabo también en formato miniaturizado, lo cual posibilitaría la (virtual) automatización de los procesos analíticos; es decir, la integración de la preparación de la muestra y el análisis instrumental. Esta última aproximación tendría una especial relevancia para su implantación en laboratorios comerciales de control alimentario y ambiental.

1. PRINCIPIO FUNDAMENTAL DE LA TÉCNICA DE MSPD

1.1. Principios básicos de la MSPD

La MSPD puede considerarse una técnica de extracción genérica que incluye el uso de dispositivos simples y que puede llevarse a cabo tanto en un laboratorio como en el punto de muestreo. En su versión más sencilla, la MSPD consiste en la mezcla mecánica de una muestra sólida, (semi-)sólida o viscosa con un soporte sólido que puede o no haber sido previamente derivatizado [4]. La mezcla se debe realizar en un mortero de vidrio o de ágata, ya que los materiales porosos, como la porcelana, tienden a adsorber partículas sobre su superficie y, por tanto, aumentan la probabilidad de pérdida de los analitos investigados. La rotura y disgregación completa de los tejidos y componentes celulares de la muestra se ve favorecida por la textura de las partículas del soporte sólido, con bordes afilados y superficie áspera (ver el grupo de

células distribuidas en la superficie de la sílice en la **Figura 1.B**). Para ello se suele hacer uso de materiales apolares como el C18, que favorecen la dilución de los componentes de la matriz y su dispersión en la superficie del soporte. Una vez obtenida esta dispersión, se consigue una película de aproximadamente 100 μm de espesor depositada sobre la superficie del adsorbente (**Figura 1.C**) [1]. En la **Figura 1.D** se muestra una fotografía obtenida por SEM en la que se aprecian las partículas individuales obtenidas después de mezclar la muestra con el soporte sólido. La MSPD permite obtener una estructura bifásica, en general, entre la fase apolar enlazada al soporte sólido y la estructura lipídica de la muestra dispersa en la superficie, que permite aumentar tanto la retención de compuestos interferentes de la matriz durante el proceso de extracción como la superficie específica expuesta al paso del disolvente de extracción [7]. Estos dos aspectos son claves en el proceso de preparación de la muestra.

Los materiales que han sido utilizados como soportes sólidos incluyen silicatos no derivatizados (silica gel, arena, etc.), adsorbentes orgánicos (carbón grafitico) e inorgánicos (Florasil[®], Alúmina, etc.). Todos ellos han demostrado poseer gran capacidad de disgregación, aunque las propiedades dispersivas difieren entre ellos. Una de las principales limitaciones de la MSPD radica en que la dispersión de la matriz debe realizarse de forma manual, lo que limitaría la posibilidad de automatización total del proceso. La cantidad de adsorbente que se necesita para la dispersión depende de la naturaleza de la muestra. Sin embargo, en la mayoría de los estudios llevados a cabo (mayoritariamente dirigidos al análisis de fármacos, pesticidas y otros contaminantes) se ha demostrado que proporciones de muestra/adsorbente en el intervalo 1:1 a 1:4 permiten obtener una mezcla seca, homogénea y con textura pulverulenta. Tiempos de tan sólo 30 segundos han sido suficientes en algunos estudios para obtener una dispersión homogénea [1]. Aunque lo cierto es que la duración de la etapa de mezclado depende del contenido de tejido conectivo y de otros biopolímeros rígidos de la matriz. Los patrones internos y marcados suelen adicionarse preferiblemente antes de esta etapa.

En la **Figura 2** se pueden ver los distintos pasos involucrados en una extracción con MSPD. Una vez se ha completado la dispersión, la mezcla es empaquetada en una columna vacía o en una columna de SPE sin ningún otro tratamiento previo. Las columnas vacías suelen ser jeringas o cartuchos de plástico o vidrio en los que se coloca en la parte inferior un fritado de polipropileno o de acero inoxidable, un filtro de celulosa o un tapón de vidrio silanizado. Se suele colocar un segundo fritado en

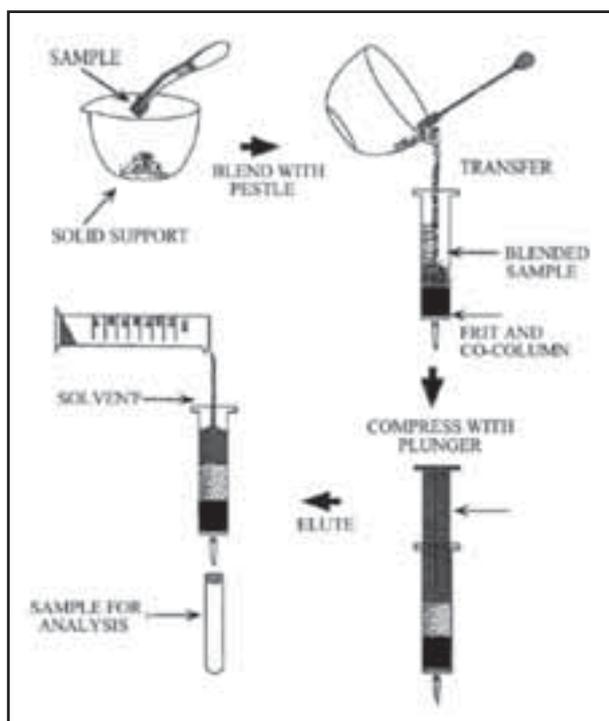


Figura 2. Etapas de la extracción por MSPD. Figura tomada de [7], Copyright (2007) con permiso de Elsevier.

la parte superior de la MSPD antes de comprimir la columna con el émbolo de la jeringa. Las columnas de vidrio de gran capacidad han sido utilizadas para análisis de grandes cantidades de muestras como, por ejemplo, en la determinación de bifenilos policlorados (PCBs), de policloro-dibenzo-p-dioxinas y furanos (PCDD/Fs) [10] o pesticidas [11]. Una vez montada la columna de MSPD, se debe elegir el(los) disolvente(s) apropiado(s) para la elución selectiva de los analitos de interés. A partir de aquí, se pueden elegir distintos modo de trabajo. En el primero de ellos, los compuestos de interés son retenidos en la columna y los interferentes de la matrix son eluidos en un paso de lavado. Posteriormente, los compuestos investigados son eluidos con un disolvente diferente. En la segunda aproximación, los compuestos interferentes son retenidos de manera selectiva en la columna y los analitos de interés son eluidos directamente.

Cuando la matriz investigada no es compleja, el extracto obtenido de la elución de la columna de MSPD puede ser analizado sin tratamientos de purificación adicionales. En otros casos, la posterior purificación del extracto es necesaria. Esta puede realizarse de manera simultánea en la columna si el adsorbente de SPE se empaqueta en la parte inferior de la MSPD, u on-line si se acopla un cartucho de SPE a la salida de dicha columna [6].

1.2. Comparación con otras técnicas basadas en el uso de adsorbentes

Una de las características más atractivas de la MSPD es que es una técnica que se desarrolla en columna. Además, la cantidad de muestra, disolventes y reactivos empleada es mucho más reducida que en otras técnicas y, en ciertos casos, no es necesaria la purificación final del extracto obtenido. Otras técnicas modernas de extracción como la extracción con fluidos supercríticos (SFE), la PLE, la MAE y la UAE también presentan estas ventajas y hoy en día se usan ampliamente para el aislamiento de fármacos, microcontaminantes y compuestos emergentes de origen natural en muestras sólidas y semi-sólidas. Son técnicas rápidas, sostenibles, robustas y, una vez optimizadas, contribuyen a reducir la necesidad de pasos adicionales de purificación y/o fraccionamiento de los analitos de interés. Las altas temperaturas y presiones empleadas en algunas de ellas contribuyen a mejorar la eficiencia de extracción. Sin embargo, la MSPD ofrece rendimientos de extracción similares en unas condiciones de trabajo suaves (temperatura ambiente y presión atmosférica). Cabe destacar que la MSPD ha sido combinada en varias ocasiones con alguna de estas técnicas aceleradas de extracción con el fin de aumentar la velocidad y/o el rendimiento del proceso [12].

Las principales diferencias entre la MSPD y la técnica de SPE (precedida de extracción sólido-líquido, SLE, cuando sea necesario) residen en que (i) en la MSPD la muestra se rompe y dispersa sobre un soporte sólido de manera que el área específica que se expone al paso de disolvente es mayor; (ii) en la MSPD la muestra es homogéneamente dispersada a lo largo de la columna mientras que en la SPE ésta se encuentra compactada en unos pocos milímetros, y (iii) las interacciones físicas y químicas de los componentes de la matriz con el soporte sólido son distintas a las de SPE. Sin embargo, tanto los principios químicos de retención y elución de la SPE como sus aplicaciones cromatográficas son aplicables a la MSPD. En ambos casos la elección del soporte sólido durante el desarrollo metodológico es trascendental para obtener un rendimiento óptimo de la etapa de extracción [7].

La comparación directa de ambas técnicas para el análisis de matrices reales complejas sólidas ha proporcionado resultados dispares. Sin embargo, se ha demostrado que esta variabilidad depende en gran medida de la complejidad de la matriz estudiada y de la selectividad y sensibilidad de la técnica instrumental elegida para el análisis final. Como ejemplo, en un estudio dirigido a la extracción de fipronil en polen se comprobó que la extracción con MSPD (con Florisil® como adsorbente) proporcionaba mayores rendimientos de extracción que

la agitación con distintos disolventes seguido de SPE cuando se usó un equipo de GC-MS para la identificación final [13]. En otro ejemplo, la SLE seguida de SPE ofreció un mayor rendimiento de extracción que la MSPD para el análisis de ácidos fenólicos y otros compuestos orgánicos en uvas blancas [14]. En la práctica y a pesar de las respectivas ventajas y limitaciones, la MSPD y la SPE pueden ser consideradas y usadas de manera complementaria para incrementar la eficiencia del proceso analítico, en especial cuando los detectores utilizados para la determinación final no son selectivos.

Finalmente, y comparada con la técnica relativamente reciente de extracción en fase sólida dispersiva (dSPE), la MSPD ofrece la ventaja de no necesitar de una disgregación y homogeneización previa al tratamiento como en el caso de la dSPE [15]. Además, tampoco es necesaria la centrifugación posterior para separar la fase sólida. Sin embargo, en ambas técnicas la superficie específica expuesta al disolvente de extracción es muy superior a la de otras técnicas de extracción. Hasta el momento no se ha encontrado en la bibliografía ningún estudio de aplicaciones específicas que compare ambas técnicas.

2. FACTORES QUE AFECTAN A LA EFICACIA DE LA MSPD

La MSPD posee propiedades de retención que incluyen procesos de partición, adsorción y cromatografía de pares de iones [16]. La eficacia y selectividad de la MSPD dependen totalmente de la combinación disolvente/adsorbente utilizada. La naturaleza de la matriz investigada determina la fuerza de las interacciones matriz-analito, que se espera sean mucho mayores en muestras sólidas y semi-sólidas que en líquidas. También en estas muestras sólidas se espera un mayor número de interferentes y, por tanto, la potencial necesidad de pasos de purificación adicionales aumentaría, si bien esta necesidad puede estar condicionada por la selectividad de la técnica instrumental elegida para la determinación final. Así, por ejemplo, el efecto matriz puede resultar evidente durante el análisis de alimentos y muestras medioambientales complejas preparadas con MSPD. Una potencial solución a este problema sería, en algunos casos, el uso de detectores selectivos, como MS o MS/MS, pero la estrategia más eficaz para evitar o, al menos, reducir el efecto matriz suele ser incorporar un paso extra de purificación en el protocolo de preparación de muestra. Este paso suele llevarse a cabo mediante acoplamiento off-line [17], on-line o in-line [18] de la MSPD con un adsorbente tipo SPE. De manera alternativa, también pueden usarse patrones internos o calibrados mediante adición estándar [19].

2.1. Elección del adsorbente

En general, el adsorbente utilizado como soporte sólido en MSPD es similar al de SPE. Adsorbentes con tamaño de partícula entre 40-100 μm aportan una gran superficie de contacto para mejorar la dispersión de la matriz, un bajo coste y un menor riesgo de obstrucción de la columna que otros adsorbentes con menor tamaño de partícula (30-10 μm). Aunque también se han usado estos soportes de bajo tamaño de partícula, sus aplicaciones se han limitado, en general, al campo de la miniaturización [8].

Como ya se ha mencionado, la proporción muestra/adsorbente es un aspecto clave a la hora del desarrollo metodológico. Aunque en la mayoría de las aplicaciones de MSPD se han utilizado proporciones entre 1:1 y 1:4 [7,20], también se puede encontrar en la bibliografía ciertas proporciones “no usuales” que demuestran, una vez más, que este parámetro debe ser optimizado cuidadosamente para cada estudio [18].

Dependiendo del protocolo de elución, a veces es necesario que la mezcla de MSPD esté completamente seca antes de ser empaquetada en la columna. Este requisito suele ser habitual en aplicaciones que impliquen el uso de disolventes apolares. La solución más eficaz es añadir un agente desecante, como el sulfato sódico, a la mezcla de MSPD [6].

Hasta ahora, los soportes sólidos de fase reversa han sido los más utilizados en aplicaciones de MSPD, en especial C8 y C18. Estos materiales de fase inversa permiten la retención selectiva de analitos semi- y apolares de la matriz. Sin embargo, para cada aplicación específica es necesario escoger el soporte sólido adecuado con el fin de mejorar la eficiencia de la extracción y evitar el posible efecto matriz. Kristenson y col. compararon cuatro adsorbentes distintos, dos C8 de dos casas comerciales, C18 y gel de sílice, para la extracción selectiva de pesticidas de naranjas [20]. Los dos C8 proporcionaron recuperaciones similares, algo que ya se había observado en anteriores estudios [4]. Sin embargo, como se observa en la **Figura 3**, para una muestra de naranjas suplementada con 10 pesticidas a 0,5 mg/Kg, el adsorbente elegido puede influir de manera drástica en la eficacia de la extracción. En este ejemplo se observa como el gel de sílice no resultaba adecuado para la extracción cuantitativa de los pesticidas investigados, mientras que el C8 proporcionó los mejores resultados.

Entre las aplicaciones más frecuentes de los materiales de fase inversa se incluye tanto el análisis de compuestos mayoritarios endógenos y exógenos, como traza



Una nueva era en Cromatografía de Gases / Masas

Bruker **SCION SQ™**

Robustez y eficacia combinadas en un Simple Cuadrupolo de altas prestaciones.



Bruker **SCION TQ™**

Diseñado para dar la máxima prestaciones con alta fiabilidad, el detector Triple Cuadrupolo definitivo para los cromatografistas.



Consiga más información sobre cómo mejorar la productividad y las capacidades de su laboratorio incorporando un SCION GC-MS.

Visite www.scionhasarrived.com para más información, y busque su presentación más cercana.

Email: info-bcad-spain@bruker.com

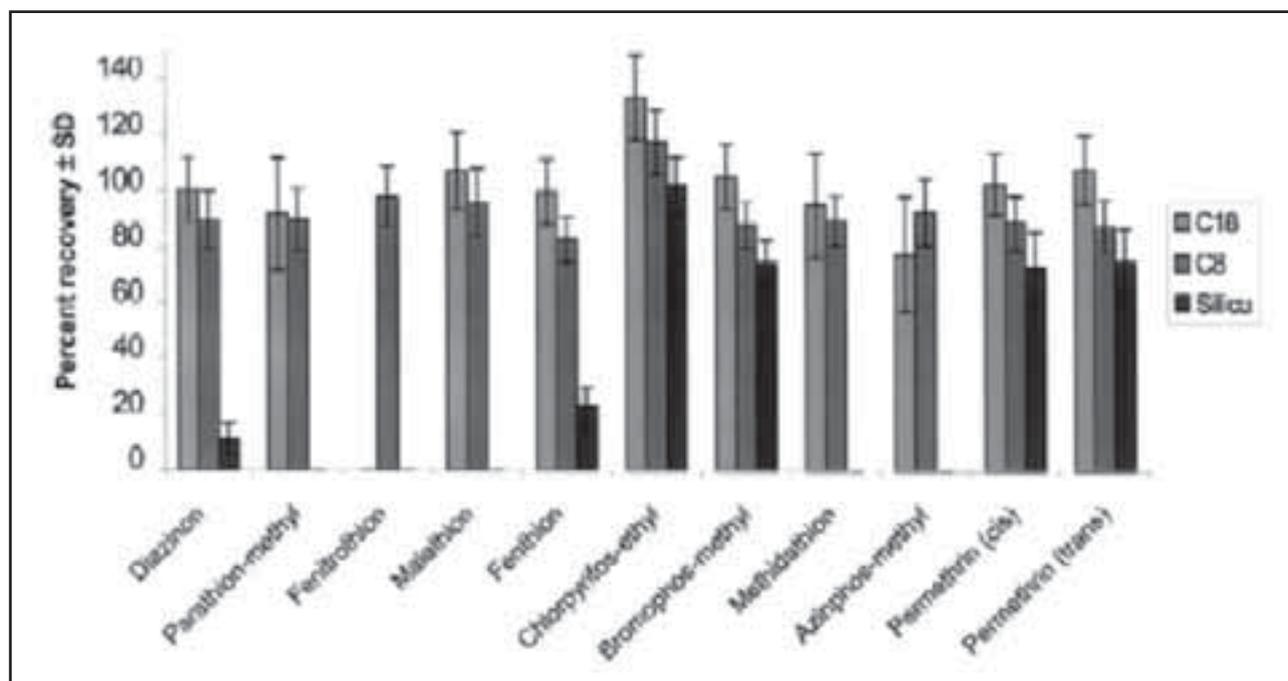


Figura 3. Recuperaciones (%) \pm desviación estándar ($n = 4$) para varios pesticidas en naranjas (nivel de suplementación, 0,5 mg/kg) extraídos por MSPD usando C18, C8 y gel de sílice y eluidos con acetato de etilo. Figura tomada de [20], Copyright (2001) con permiso de Elsevier.

en una amplia variedad de matrices: piensos, cereales, harina, fruta, zumo y otras con alto contenido lipídico, como almendras, aceite de oliva, leche, huevos y tejido e hígado animal.

Los materiales inorgánicos de fase normal, como el gel de sílice, el Florisil® o la Alúmina, rompen la estructura de la muestra de manera similar a los adsorbentes de fase inversa. Sin embargo, en este caso la retención de los componentes de la muestra se produce fundamentalmente por adsorción. Esto implica que las interacciones químicas de los analitos con el soporte sólido sean más débiles que en el caso de los materiales de fase inversa. Es interesante resaltar que las propiedades de adsorción de estos materiales pueden ajustarse mediante procesos de activación o por modificación de su carácter ácido o básico.

Los adsorbentes de fase normal se han usado con buenos resultados en la extracción selectiva de un amplio número de pesticidas en piensos, zumos de frutas, mieles, tejidos animales, matrices biológicas, plantas, suelos y lodos. Como excepción, el Florisil® proporcionó bajas recuperaciones en la determinación de pesticidas organoclorados en suero humano [21]. Estos adsorbentes también se han aplicado para el análisis de PCBs en marisco

[22] y de retardantes de llama en polvo doméstico [23]. En este tipo de aplicaciones, en algunos casos es necesario añadir un paso previo de lavado de la mezcla de MSPD con un disolvente apolar para eliminar los posibles interferentes apolares de la matriz. Si no, la alternativa más común es la adición de un paso final de fraccionamiento mediante el acoplamiento de una columna empaquetada con el mismo adsorbente que la MSPD o, en su defecto, con C18. En el caso de matrices medioambientales complejas como suelos, la alternativa más eficaz para reducir el número de interferentes es la mezcla inicial de la matriz con una disolución de metanol saturada con hidróxido potásico. Otra opción sería mezclar la matriz con una sílice modificada con un ácido fuerte (normalmente ácido sulfúrico) [6]. En este caso, la digestión de la grasa se inicia en la misma etapa de MSPD y, habitualmente, se suele acoplar off-line, on-line o in-line una columna multicapa con sílices ácidas para eliminar el resto del contenido lipídico de la muestra antes de su análisis cromatográfico. La eficiencia de la digestión se puede aumentar si se retiene el disolvente durante un tiempo predeterminado en la columna de MSPD. Si se aplican estas estrategias analíticas, se puede obtener un extracto limpio listo para su análisis cromatográfico con un consumo mínimo de adsorbentes y disolventes.

La menor capacidad de retención del gel de sílice resulta ventajosa para el aislamiento de ciertos analitos en muestras líquidas. Este hecho se ha demostrado en el aislamiento de ciertos fármacos de extractos grasos de tejidos animales [24] y de compuestos fenólicos en vino [25]. Sin embargo, en este caso las interacciones de los analitos con el soporte son más débiles y, por tanto, es necesaria una optimización del protocolo de elución para modular la solubilidad de los analitos en los diferentes disolventes de lavado y de extracción. Las mismas consideraciones deben tenerse en cuenta en el caso de materiales sólidos inertes, como zeolitas, arena o tierras diatomeas.

La técnica de MSPD también se ha beneficiado de la introducción en el mercado de nuevos adsorbentes más selectivos y con mayor capacidad de retención. Este es el caso de sílices modificadas con grupos amino y cianopropil, carbón activado, materiales poliméricos (HLB Oasis® o polímeros acrílicos como el XAD 7 HP), nanotubos de carbón o polímeros de impronta molecular (MIPs). Los resultados obtenidos para la mayoría de estos materiales han sido muy satisfactorios con rendimientos de extracción muy altos y mejores repetitividads y extractos más limpios que los obtenidos con adsorbentes más clásicos. Sin embargo, hay que destacar su elevado precio. Como ejemplo, la Figura 4 muestra una comparación entre distintos soportes sólidos, incluyendo un MIP selectivo para estos analitos, C18 y gel de sílice, utilizados en la extracción de fluorquinolonas de tejido animal. Como se observa en la figura, los MIPs permitían una extracción más selectiva de los analitos investigados [26].

2.2. Elección del disolvente y el protocolo de elución

El disolvente es el tercer parámetro a considerar y optimizar en el proceso de MSPD. Como ya se ha indicado, existen dos posibles protocolos de elución: (i) los interferentes quedan retenidos en el soporte sólido y los analitos se eluyen directamente de la columna de MSPD, o (ii) los analitos de interés se eluyen una vez eliminados los posibles componentes interferentes de la matriz.

En principio, la primera aproximación resultaría mucho más sencilla y, además, permitiría la extracción cuantitativa de los analitos de interés con volúmenes de disolventes tan reducidos como 5-10 mL. Aún más, se ha comprobado que para 0,5 g de muestra y 2 g de soporte sólido, si se escoge un disolvente adecuado, los analitos de interés son extraídos en su mayor parte con los primeros 4 mL de extractante [27].

El disolvente de extracción más adecuado cuando se usan adsorbentes de fase normal depende de la polaridad

de los analitos a extraer. Los disolventes apolares, como n-hexano y diclorometano, se suelen usar para la extracción de analitos apolares, mientras que otros disolventes polares, como acetona, acetonitrilo y metanol, se usan para la elución de analitos de polaridad media a alta. En el caso de fases normales inorgánicas, estas combinaciones de disolventes-analitos se mantienen, aunque suele ser normal incorporar un paso adicional de prelavado de la columna.

En aplicaciones recientes se ha propuesto el uso de agua caliente como disolvente extractante para la determinación de analitos polares en matrices ambientales mediante MSPD. En estos estudios se suele emplear arena como soporte sólido. La aproximación permite obtener extractos que pueden ser analizados directamente mediante LC sin ningún paso adicional de purificación. Entre las aplicaciones para las que se ha usado esta estrategia están el análisis de antibióticos en alimentos [28] y tejidos animales [29], pesticidas en vegetales y frutas [30], o cafeína en café y posos de té [31]. Por otra parte, el uso de modificadores acuosos, como metanol, no sólo no parece contribuir a mejorar los rendimientos de extracción de la MSPD, sino que suele resultar en un mayor número de interferentes co-extraídos lo que desaconsejó su uso [32].

En comparación con el protocolo de elución directa, la elución secuencial permite una mayor flexibilidad a la hora de elegir el disolvente de extracción. Además los extractos obtenidos son normalmente más concentrados que los obtenidos con el protocolo anterior. Como en el caso de la elución directa, la elección del disolvente depende de la naturaleza de la matriz y de la polaridad de los analitos a investigar. En estas aplicaciones, suele ser necesario además una etapa adicional de secado cuando el protocolo de elución implica el uso de disolventes inmiscibles. Esto suele ser frecuente cuando se analizan compuestos polares en frutas y tejidos biológicos mediante MSPD, ya que suelen usarse tanto agua como mezclas de disolvente polares para eliminar posibles interferencias de la matriz.

A veces, el análisis de matrices complejas requiere el uso combinado de distintos soportes sólidos para eliminar todos los interferentes analíticos. Los disolventes apolares suelen utilizarse para eliminar la materia orgánica y lipídica de matrices biológicas y medioambientales. Posteriormente, los analitos de interés son eluidos con disolventes más polares, como acetona o mezclas acetona:metanol. También es posible usar condiciones más drásticas para eliminar las interferencias, pero siempre dependerá de la estabilidad de los compuestos de interés. NaOH y KOH alcohólico han sido usadas en estudios de

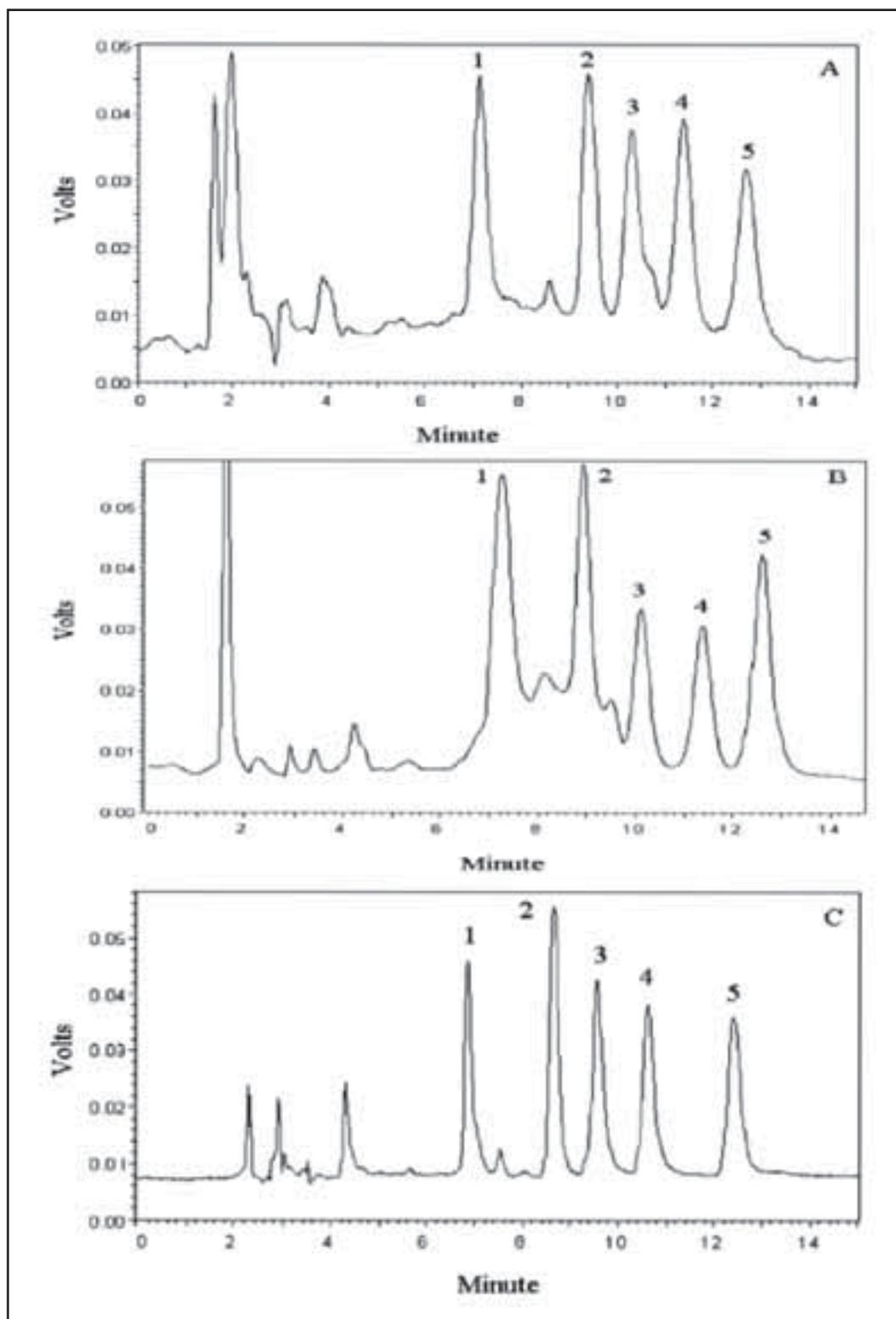


Figura 4. Cromatogramas registrados por LC con detector de fluorescencia de una carne de cerdo suplementada con cinco fluoroquinolonas y extraída por MSPD con (A) C18, (B) gel de sílice y (C) un MIP. Picos: (1) oflaxacina, (2) pefloxacina, (3) norflorxacina, (4) ciprofloxacina y (5) enrofloxacina. Nivel de suplementación: 10 ng/g. Figura adaptada con permiso de [26]. Copyright (2007) American Chemical Society.

Experience the quintessence

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



monitorización medioambiental para la digestión de matrices complejas, como almendras o suelos, obteniendo buenos porcentajes de recuperación [33-34]. Este tipo de protocolo de elución secuencial, en combinación o no con el uso de soportes sólidos de fase inversa, está especialmente indicado para el análisis de componentes minoritarios de matrices complejas.

2.3. Tipo de matriz

En MSPD, la dispersión de la muestra en el soporte sólido permite la adsorción, en el caso de los materiales de fase normal, o la disolución, para el caso de los de fase inversa, de los componentes de la matriz en el sorbente sólido. Esto significa que los componentes de la matriz participan en un equilibrio dinámico con el soporte sólido y el disolvente de extracción y que, por tanto, el proceso de fraccionamiento y extracción puede verse afectado por esos componentes al cambiar de una matriz a otra. En general, los protocolos de elución a emplear para MSPD dependen específicamente de cada pareja matriz-analitos investigados. Sin embargo, la naturaleza heterogénea de muchas matrices medioambientales se traduce, en algunos casos, en diferencias en su composición y puede resultar en perfiles de elución significativamente distintos.

Aunque la MSPD es una técnica robusta, se pueden producir pequeños cambios en los perfiles de elución de los analitos entre distintos experimentos que involucren un mismo tipo de matriz. Esto puede provocar pérdidas de los compuestos investigados o coeluciones con otros interferentes de la matriz. Para evitar estos inconvenientes, se puede adoptar una estrategia de elución diferente, agregar un paso adicional de purificación o usar un agente modificador (un ácido, una base, una sal o un agente quelatante) durante la etapa de dispersión o elución [4]. Un ejemplo para esta última estrategia es la adición de cobre en polvo durante la MSPD de suelos y sedimentos para retener durante la elución compuestos que contengan azufre.

2.4. Nuevas tendencias en el uso de MSPD

En la actualidad, la miniaturización es una tendencia reconocida en la mayoría de las áreas de investigación. En la MSPD, la miniaturización se lleva a cabo mediante el escalado de las cantidades de muestra y, por tanto, de las dimensiones de la columna en la que se empaqueta la mezcla de MSPD. La reducción en el tamaño de muestra también supone una reducción prácticamente lineal en las cantidades de adsorbentes y disolventes requeridos para la extracción. El uso de columnas de menor capacidad también reduce el riesgo de taponamiento, algo importan-

te si se considera la posibilidad de acoplamiento in-line u on-line con otras columnas o técnicas de determinación. En este campo, Kristenson y col. demostraron que 25 mg de fruta bastaban para la determinación de los niveles traza de distintos pesticidas a los niveles que marcaba la legislación europea en el momento de realizar el estudio [20]. Con estas cantidades de muestra dispersadas en una cantidad similar de adsorbente y los bajos volúmenes de elución empleados (unos 100 μ L), el acoplamiento de la MSPD con el equipo de separación y detección final (MSPD-LC o MSPD-GC) puede ser considerado un reto analítico factible.

La miniaturización del proceso de MSPD resulta de especial interés cuando la cantidad de muestra disponible para realizar el análisis es limitada. En estos casos, la MSPD es una alternativa analítica especialmente valiosa y sencilla teniendo en cuenta los pasos y mecanismos involucrados. Sin embargo, y a pesar de sus ventajas, en algunos casos particulares no se ha conseguido los esperados rendimientos de extracción [35], o no ha sido la estrategia analítica más sencilla [31]. En el primer caso, la solución más favorable es la combinación de la MSPD con otras técnicas de extracción aceleradas o bien combinarla con una fuente de energía complementaria a fin de favorecer la eficacia del proceso de extracción. Así por ejemplo, de la Cal y col. demostraron que el uso combinado de MSPD con PLE extraía cuantitativa y selectivamente en un solo paso los polibromodifeniléteres (PBDEs) de sedimentos [36]. Ramos y col. mostraron en un estudio similar, pero miniaturizado, que la combinación de MSPD con PLE y purificación en columna permitía obtener extractos listos para su análisis instrumental en sólo 15 min y con un gasto de sólo 3.5 mL de n-hexano [37]. Las condiciones de extracción empleadas en este estudio fueron suaves (40 oC y 12 MPa) para reducir la co-extracción de otros componentes de la matriz que podían interferir en la determinación final de los PCBs estudiados en la muestra (ver Figura 5).

Es interesante destacar que, en algunas de las publicaciones recientes en las que se ha utilizado MSPD combinada con PLE, se usó agua como disolvente de extracción. Este disolvente es inocuo, barato y ecológico y, además, su polaridad puede ser fácilmente modificada variando las condiciones de temperatura y presión. Esto facilita su uso para la extracción de una gran variedad de analitos de distintas polaridades.

La eficiencia de la MSPD puede ser también aumentada si se aplica energía de ultrasonidos, lo que da lugar a una nueva técnica denominada MSPD asistida por ultrasonidos (UA-MSPD) [12]. En esta técnica, la energía de

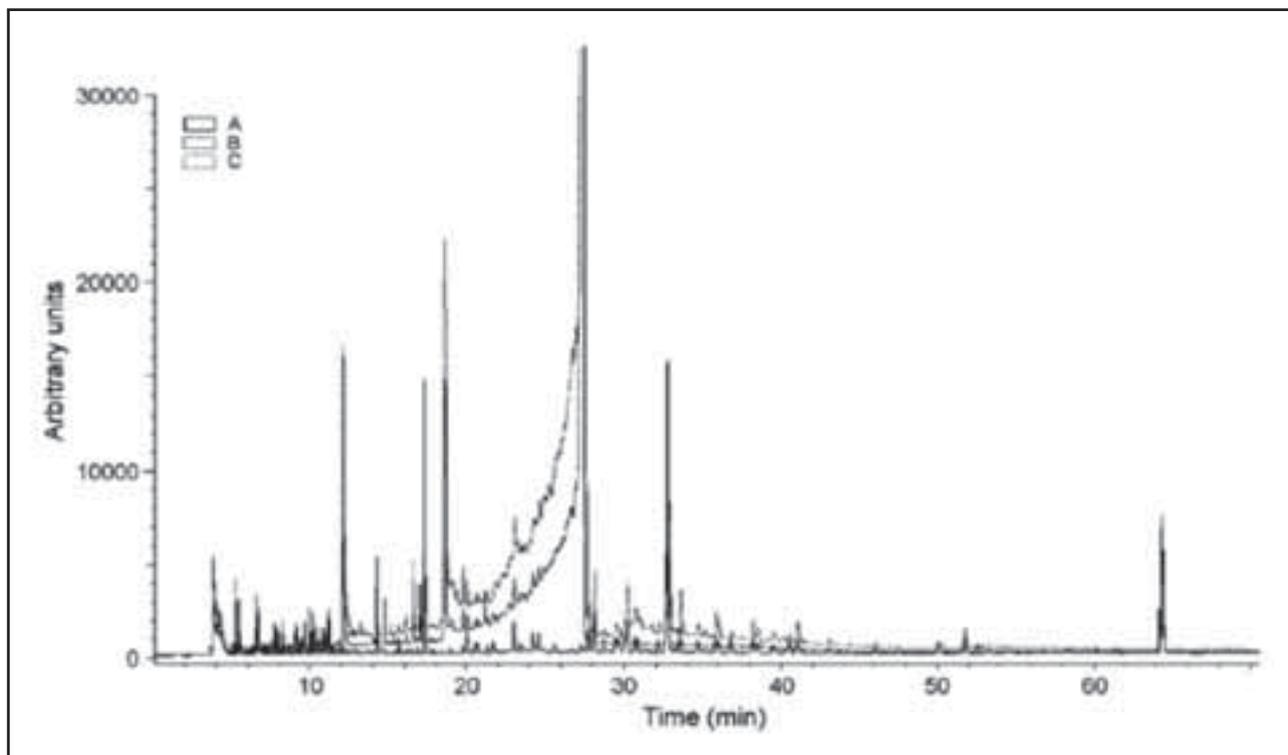


Figura 5. Cromatogramas típicos de GC- μ ECD obtenidos para una muestra de carne no suplementada (100 mg) extraída por MSPD combinada con PLE selectiva a (A) 40°C, (B) 65°C y (C) 80°C. Figura tomada de [37], Copyright (2007) con permiso de Elsevier.

ultrasonidos se aplica directamente con un baño de ultrasonidos o preferiblemente con un sonorreactor con lo que los tiempos de análisis son mucho menores. Esta aproximación es una modificación de la ya existente SPE asistida con ultrasonidos (UA-SPE). En el primer estudio de UA-MSPD, Ramos y col. consiguieron extractos limpios de frutas en sólo 1 min y con 100 mg de muestra para el análisis de pesticidas. Las recuperaciones del método fueron mayores del 81% (mejores que con el procedimiento original de MSPD) y las desviaciones estándares relativas (RSDs) menores del 15%.

CONCLUSIONES

Desde su introducción en 1989, la MSPD ha sido aplicada con éxito al análisis de un gran número de analitos orgánicos exógenos (fármacos, pesticidas y otros contaminantes) y endógenos (componentes de los alimentos, bacterias y componentes celulares) en distintas matrices sólidas, semi-sólidas, viscosas y, menos frecuentemente, líquidas. La MSPD es, en principio, una técnica de

extracción genérica, rápida y sencilla, no requiere una instrumentación específica y permite una reducción apreciable de la cantidad de muestra y reactivos. Además la miniaturización de la MSPD es un proceso sencillo que puede realizarse por escalado de las dimensiones y cantidades de muestra y fungibles. Esto hace que la MSPD pueda ser considerada una alternativa analítica muy valiosa para el análisis de muestras de tamaño limitado y para su acoplamiento on-line con la técnica instrumental de separación y detección final elegida. La automatización del proceso analítico es un reto a abordar en la MSPD, pero con estas premisas podría ser considerado un reto factible.

Respecto a las aplicaciones, a pesar de que no siempre se ha demostrado que la MSPD sea más eficaz que otras técnicas más exhaustivas y modernas de extracción, la combinación con estas últimas o la aplicación de energía adicional a la MSPD, permite favorecer y mejorar la eficacia del proceso global cuando ello sea necesario. Si la elección del adsorbente y el proceso de elución han sido optimizados adecuadamente, en algunos casos no será

Manejo Simplificado

Consiga límites de detección inferiores en matrices complejas con una menor preparación de muestra. El **GC-MS/MS** de triple cuadrupolo **Thermo Scientific TSQ 8000** proporciona unas prestaciones analíticas de máximo nivel junto con la productividad sin límites que usted necesita. Diseñado para el análisis de rutina, integra tecnología de triple cuadrupolo de alta eficacia con una completa solución de software para una simplicidad sin precedentes en MS/MS, desde el inicio del análisis hasta el informe final de resultados.

Resultados Brillantes

- [Vea la mejor elección en GC-MS en thermoscientific.com/tsq8000](http://thermoscientific.com/tsq8000)

Thermo
SCIENTIFIC

innovando en el análisis de rutina

El nuevo Thermo Scientific TRACE 1300 Series GC es el primer y único cromatógrafo de gases que incorpora inyectores y detectores miniaturizados de conexión inmediata "plug & play" e intercambiables por el usuario proporcionando así una mayor facilidad de uso en laboratorios de rutina con requerimientos de elevadas tasas de procesamiento de muestras. Este diseño modular permite un acceso inmediato a inyectores y detectores eliminando tiempos muertos de mantenimiento y facilitando la rápida adaptación del instrumento a las aplicaciones y al volumen de trabajo diario de cada cliente. Experimente el innovador rendimiento y la productividad proporcionada por sistema **TRACE 1300 Series**

redefiniendo la facilidad de uso en GC

- [la mejor elección en cromatografía de gases en](http://thermoscientific.com/trace1300) • thermoscientific.com/trace1300



TRACE 1300 Series GC

Un gran paso adelante para aplicaciones de rutina

- Inyectores y detectores intercambiables con conexión "plug & play"
- Fácil implementación de métodos
- Robustez del inyector sin precedentes
- Excepcional sensibilidad en las medidas
- Software de control y gestión de datos Chromeleon™



Ejemplo de instalación de un módulo de conexión inmediata por parte del usuario

Thermo
S C I E N T I F I C

CONTACTE CON NOSOTROS EN:

Thermo Fisher Scientific S.L.U.
C/ Valportillo Primera nº 22
28108 Alcobendas, Madrid

Teléfonos:
Madrid 91 484 59 51
Barcelona 93 223 09 18
Email: analyze.es@thermofisher.com

necesaria una purificación adicional del extracto obtenido y éste podrá analizarse directamente. En otros casos, la introducción de un paso extra de clean-up con cartuchos SPE, que pueden ser acoplados off-line, on-line o incluso in-line, será necesario previo a su análisis final.

Todas estas aproximaciones demuestran la potencial flexibilidad de la MSPD y contribuirán a aumentar el número de aplicaciones de esta técnica en el futuro hacia otros campos de investigación.

REFERENCIAS

- [1] S.A. Barker, A.R. Long, C.R. Short, *J. Chromatogr.* 475 (1989) 353.
- [2] S.A. Barker, L.C. Hsieh, C.R. Short, *Anal. Biochem.* 155 (1986) 112.
- [3] S.A. Barker, *J. Chromatogr. A* 880 (2000) 63.
- [4] S.A. Barker, *J. Chromatogr. A* 885 (2000) 115.
- [5] A.R. Long, L.C. Hsieh, M.S. Malbrough, C.R. Short, S.A. Barker, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 73 (1990) 379.
- [6] J.J. Ramos, M.J. Gonzalez, L. Ramos, *J. Sep. Sci.* 27 (2004) 595.
- [7] S.A. Barker, *J. Biochem. Biophys. Methods* 70 (2007) 151.
- [8] E.M. Kristenson, L. Ramos, U.A.T. Brinkman, *Trends Anal. Chem.* 25 (2006) 96.
- [9] M. Garcia-Lopez, P. Canosa, I. Rodriguez, *Anal. Bioanal. Chem.* 391 (2008) 963.
- [10] L. Ramos, E. Eljarrat, L.M. Hernandez, J. Rivera, M.J. Gonzalez, *Chemosphere* 38 (1999) 2577.
- [11] X.G. Chu, X.Z. Hub, H.Y. Yao, *J. Chromatogr. A* 1063 (2005) 201.
- [12] J.J. Ramos, R. Rial-Otero, L. Ramos, J.L. Capelo, *J. Chromatogr. A* 1212 (2008) 145.
- [13] J.J. Jimenez, J.L. Bernal, M.J. del Nozal, M.T. Martin, R. Mayo, *J. Chromatogr. A* 1146 (2007) 8.
- [14] M.S. Dopico-García, P. Valentão, A. Jagodzinska, J. Klepczyńska, L. Guerra, P.B. Andrade, R.M. Seabra, *Talanta* 74 (2007) 20.
- [15] M. Anastassiades, S.J. Lehotay, D. Stajnbaher, F.J. Schenck, *J. AOAC Int.* 86 (2003) 412.
- [16] S.A. Barker, A.R. Long, M.E. Hines, *J. Chromatogr.* 629 (1993) 23.
- [17] A. Bacaloni, C. Cavaliere, F. Cucci, P. Foglia, R. Samperi, A. Lagana, *J. Chromatogr. A* 1179 (2008) 182.
- [18] P.C. Abhilash, S. Jamil, N. Singh, *J. Chromatogr. A* 1176 (2007) 43.
- [19] C. Cavaliere, P. Foglia, C. Guarino, M. Nazzari, R. Samperi, A. Laganà, *Anal. Chim. Acta* 596 (2007) 141.
- [20] E.M. Kristenson, E.G.J. Haverkate, C.J. Slooten, L. Ramos, J.J. Vreuls, U.A.T. Brinkman, *J. Chromatogr. A* 917 (2001) 277.
- [21] C. Matos Lino, C.B. Ferreira Azzolini, D.S. Valente Nunes, J.M. Rocha Silva, M.I. Noronha da Silveira, *J. Chromatogr. B* 716 (1998) 147.
- [22] J.L. Gomez-Ariza, M. Bujalance, I. Giraldez, A. Velasco, E. Morales, *J. Chromatogr. A* 946 (2002) 209.
- [23] M. García, I. Rodríguez, R. Cela, *Anal. Chim. Acta* 590 (2007) 17.
- [24] Y. Liu, Q.H. Zou, M.X. Xie, J. Han, *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 21 (2007) 1504.
- [25] L. Minuti, R. Pellegrino, *J. Chromatogr. A* 1185 (2008) 23.
- [26] H.Y. Yan, F.X. Qiao, K.H. Row, *Anal. Chem.* 79 (2007) 8242.
- [27] B. Gilbert-López, J.F. García-Reyes, A. Molina-Díaz, *Talanta* 79 (2009) 109.
- [28] S. Bogialli, R. Curini, A. Di Corcia, M. Nazzari, M.L. Polci, *J. Agric. Food Chem.* 51 (2003) 4225.
- [29] S. Bogialli, V. Capitolino, R. Curini, A. Di Corcia, M. Nazzari, M. Sergi, *J. Agric. Food Chem.* 52 (2004) 3286.
- [30] S. Bogialli, R. Curini, A. Di Corcia, M. Nazzari, D. Tamburro, *J. Agric. Food Chem.* 52 (2004) 665.
- [31] A.L. Dawidowicz, D. Wianowska, *J. Pharm. Biomed. Anal.* 37 (2005) 1155.
- [32] S. Bogialli, A. Di Corcia, A. Laganá, V. Mastrantoni, M. Sergi, *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 21 (2007) 237.
- [33] R.M. Garcinuño, L. Ramos, P. Fernández-Hernando, C. Cámara, *J. Chromatogr. A* 1041 (2004) 35.
- [34] M.T. Pena, M.C. Casais, M.C. Mejuto, R. Cela, *J. Chromatogr. A* 1165 (2007) 32.
- [35] F. Bianchi, M. Careri, A. Mangia, M. Musci, S.E. Santini, G. Basini, *J. Pharmaceut. Biomed.* 44 (2007) 711.
- [36] A. de la Cal, E. Eljarrat, D. Barcelo, *J. Chromatogr. A* 1021 (2003) 165.
- [37] J.J. Ramos, C. Dietz, M.J. González, L. Ramos, *J. Chromatogr. A* 1152 (2007) 254.

NOTICIAS DE LA SECyTA

XII REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA (41^a DEL GCTA)

La XII Reunión Científica de la SECyTA tendrá lugar en Tarragona en el Palau Firal I de Congressos del 14 al 16 de noviembre de 2012.

El principal objetivo de esta reunión es la presentación de nuevos desarrollos e innovaciones en el campo de la cromatografía y técnicas afines, así como de sus aplicaciones en distintos campos como son medio ambiente, alimentación, biociencia, farmacéutico e industrial, entre otros. Esta reunión también representa una buena oportunidad para compartir experiencias y mejorar los resultados en el campo de la cromatografía. Se incluirá también una exposición comercial donde las distintas empresas presentarán sus nuevos instrumentos y productos, a la vez que facilitará el contacto personal entre proveedor y cliente.

Programa Científico

En la XII Reunión Científica de la SECyTA se presentarán diferentes conferencias invitadas, mesas redondas, comunicaciones orales y tipo cartel encuadradas en las siguientes áreas temáticas:

- Fundamentos y Quimiometría
- Nuevos desarrollos en tratamiento de muestra e instrumentación
- Análisis clínicos y de productos farmacéuticos
- Técnicas -ómicas
- Análisis de alimentos
- Medio ambiente
- Procesos y productos industriales

Ponferencias Invitadas

- Prof. Agustín Costa, Universidad de Oviedo “ME-ED a portable analytical tool”
- Prof. Vicente Ferreira, Universidad de Zaragoza “Major analytical challenges in the interpretation of aroma and flavour”
- Prof. Joan Grimalt, Institut de Diagnòstic Ambiental i Estudis de l’Aigua “How analytical chemistry can describe climate change”
- Prof. Alastair Lewis, University of York “Multi-dimensional analysis of environmental pollutants using lab on chip technologies”
- Dr. Oleg A. Mayboroda, Leiden University “Metabolomics of biofluids: from a metabolite to a phenotype”
- Dr. David McCalley, University of the West of England “New developments in hydrophilic interaction chromatography”
- Prof. Juan Vicente Sancho, Universitat Jaume I “Investigation of metabolites and transformation products of drugs of abuse in the aquatic environment by UHPLC-QTOFMS”

Comité Científico

Francesc Borrull (Chairman), Universitat Rovira i Virgili • Ana Agüera, Universidad de Almería • Coral Barbas, Universidad San Pablo-CEU • Victor Cerdà, Universitat de les Illes Balears • José Carlos Díez-Masa, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • María Teresa Galcerán, Universitat de Barcelona • María José González, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • Joan Grimalt, Institut de Diagnòstic Ambiental i Estudis de l’Aigua (CSIC) • Elena Ibáñez, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • Begoña Jiménez, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • Rosa Lebrón, Instituto de Química Física Rocasolano (CSIC) • Alastair Lewis, University of York • Rosa Maria Marcé, Universitat Rovira i Virgili • Oleg A. Mayboroda, Leiden University • David McCalley, University of the West of England Yolanda Picó, Universitat de València • María Luz Sanz, Instituto de Química Orgánica General (CSIC)

Comité Organizador

Rosa Maria Marcé (Presidenta), Universitat Rovira i Virgili • Carme Aguilar, Universitat Rovira i Virgili • Francesc Borrull, Universitat Rovira i Virgili • Marta Calull, Universitat Rovira i Virgili • Jaume Capdevila, Universitat Rovira i Virgili • Jordi Díaz, Universitat Ramon Llull • Núria Fontanals, Universitat Rovira i Virgili • Joan Maria Garcia-Girona, Associació Empresarial Química de Tarragona (AEQT) • Belén Gómara, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • María José González, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • Joan Grimalt, Institut de Diagnòstic Ambiental i Estudis de l’Aigua (CSIC) • Eva Pocurull, Universitat Rovira i Virgili • Francisco Javier Santos, Universitat de Barcelona

Premios

Se convoca la VIII edición de los Premios José Antonio García Domínguez, patrocinados por Bruker, con objeto de reconocer el mérito científico de las comunicaciones sobre Cromatografía y sus Técnicas Afines presentadas por jóvenes investigadores. Se concederán dos premios dotados en 800 y 600 euros a las dos mejores comunicaciones orales y dos premios dotados en 400 y 300 euros a las mejores comunicaciones tipo cartel.

La Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) y Sigma-Aldrich Química convocan el accésit al 6^º Premio “Club de usuarios de SPME” para promover el uso y la innovación en la



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

técnica “Microextracción en Fase Sólida. SPME”, dotado con 500 € en productos de las marcas SUPELCO o FLUKA, ambas de Sigma-Aldrich.

Para más información visitar la página web (www.secyta.org).

Becas

Los requisitos para solicitar becas de asistencia son los siguientes:

- Ser miembros de la SECyTA.
- 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.
- Se podrán conceder un máximo de 2 Becas por Investigador Senior (socio de la SECyTA) inscrito en la Reunión.
- Sólo se podrá solicitar una ayuda por comunicación presentada en la Reunión y/o Congreso.

Fechas clave

- Envío de resúmenes
Fecha límite: 22 de Junio de 2012
- Comunicación de trabajos aceptados
Fecha límite: 25 de Julio de 2012
- Inscripción cuota reducida
Fecha límite: 30 de Septiembre de 2012
- Solicitud de beca
Fecha límite: 30 de Septiembre de 2012

Programa Social

- Visita guiada a la Tarraco Romana (Miércoles 14, 19:00 h)
- Cena del congreso (Jueves 15, 21:00 h)
- Cóctel de despedida (Viernes 16, 13:00 h)

Inscripción y alojamiento

	Antes del 30 de septiembre	Después del 30 de septiembre
Miembros de la SECyTA ⁽¹⁾	400 €	460 €
Participantes no miembros de la SECyTA ⁽¹⁾	520 €	580 €
Estudiantes ^(1,2)	200 €	250 €
Eventos sociales ⁽³⁾	200 €	200 €

⁽¹⁾ Incluye libro de resúmenes, cafés, comidas, cena de la reunión y actividades del programa social.
⁽²⁾ Será necesario demostrar la condición de estudiante.
⁽³⁾ Sólo para acompañantes. Incluye comidas, cena de la reunión y actividades del programa social.

Contacto

Prof. Rosa M. Marcé secyta2012@urv.cat
 Secretaría técnica
 Grupo Pacífico secyta2012@pacifico-meetings.com
www.secyta2012.com
 Follow us in Twitter! @secyta2012

SIGMA-ALDRICH®

6º PREMIO Y ACCÉSIT “CLUB USUARIOS SPME”

Sigma-Aldrich Química convoca el 6º Premio y un accésit “Club usuarios SPME” para promover el uso y la innovación en la técnica “Microextracción en Fase Sólida. SPME”, dotado con 1.000 € (500 € el accésit) en productos de las marcas SUPELCO o FLUKA, ambas de Sigma-Aldrich.

Se podrán presentar al premio todos los trabajos sobre la técnica de SPME publicados o presentados a congresos, reuniones científicas u otros eventos científicos, entre el 1 de Diciembre de 2011 y el 31 de Octubre de 2012.

Los trabajos que optan al accésit serán las comunicaciones orales o pósters presentados a la XII Reunión de la SECyTA que se celebrará en Tarragona los días 14, 15 y 16 de noviembre de 2012 y que tengan relación con la técnica de Microextracción en Fase Sólida (SPME) y sus aplicaciones.

El premio será fallado durante la primera semana de Noviembre, mientras que el accésit se fallará al finalizar la presentación de las comunicaciones en formato póster o comunicación corta a la XII Reunión Científica de la SECyTA.

Enviar los trabajos que opten al premio a Susana Manrique vía e-mail o correo postal.

susana.manrique@sial.com

Sigma-Aldrich Química, Ronda de Poniente, 3; 28760 TRES CANTOS (Madrid).

Más información:

Pedro Gutiérrez, Tel. 916572065, e-mail pedro.gutierrez@sial.com

NUEVOS SOCIOS DE LA SECyTA

1651

Calvarro Sañudo, María Sagrario
Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
C/ Juan de la Cierva, 3
28006-Madrid

1652

Mohr, Susana
Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
C/ Juan de la Cierva, 3
28006-Madrid

1653

Aranda Mares, José Luis
Investigación y Proyectos de Medio Ambiente (IPRO-MA)
Camino de la Raya, 46
12005-Castellón

1654

Rojo Blanco, David
CEMBIO: Centro de Excelencia en Metabolómica y Bioanálisis. Facultad de Farmacia
Universidad San Pablo CEU
Urbanización de Montepríncipe
28668-Boadilla del Monte (Madrid)

1655

Lores Aguín, Marta
Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología. Facultad de Química
Universidad de Santiago de Compostela
Av. de las Ciencias, s/n
15782-Santiago de Compostela (La Coruña)

NOTA DE LA REDACCIÓN



A partir de este número, el Boletín experimentará algunos cambios entre los miembros del Comité Editorial. Despedimos a Lourdes Ramos y damos la bienvenida a Ana Cristina Soria, socia de la SECyTA y perteneciente al Instituto de Química Orgánica General (CSIC) de Madrid. Durante todos estos años, Lourdes ha prestado una gran dedicación al desarrollo del Boletín, permitiendo que llegara a todos de forma ágil y dinámica. Desde estas páginas mostramos nuestro agradecimiento por los servicios prestados y su buen hacer. Estamos seguros de que seguiremos contando con su apoyo en el futuro.

JUNTA DE GOBIERNO DE LA SECyTA (2012)

En la pasada 11ª Asamblea General de la SECyTA, celebrada el 15 de noviembre de 2011 en el marco de las 13ªs Jornadas de Análisis Instrumental, se procedió a la renovación de parte de la Junta de Gobierno de la SECyTA, quedando constituida como se muestra a continuación:



Elena Ibáñez Ezequiel
Vicepresidenta



María José González Carlos
Presidenta



Yolanda Picó García
Vicepresidenta



Belen Gómara Moreno
Secretaria



Jordi Díaz Ferrero
Tesorero



Juan O. Grimalt Obrador
Vocal



Javier Santos Vicente
Vocal



José Monge Cónsul
Vocal



Ana Agüera López
Vocal



Coral Barbas Arribas
Vocal



Miguel Ángel Pérez Alonso
Vocal



Joan Sole Ribalta
Vocal



Mª Luz Sanz Murias
Vocal



Begoña Jiménez Luque
Vocal



José Mª Sangenís Magraso
Vocal

JUBILACIÓN DE ISABEL MARTÍNEZ CASTRO



Isabel comenzó su andadura en el campo de la Cromatografía primero en el Departamento de Lipoquímica y después en el Instituto de Productos Lácteos y Derivados Grasos, ambos ubicados en el entonces recién inaugurado Centro Nacional de Química Orgánica. Realizó su tesis doctoral, bajo la dirección de Manuela Juárez, sobre caracterización de leche de distintas regiones españolas, con énfasis en las fracciones de lípidos, minerales y proteínas. El trabajo sirvió de base para el establecimiento de criterios de calidad de leche en nuestro país.

Tras su tesis doctoral, se especializó en análisis de aceites y grasas de alimentos, incluyendo validación de procedimientos de derivatización previos a los análisis cromatográficos para determinación de su composición en ácidos grasos, y desarrollos analíticos para determinar su perfil y modificaciones de lípidos (sobre todo lácteos) en los procesos tecnológicos. Por otra parte, desarrolló procedimientos de análisis de antioxidantes y otros aditivos o marcadores de grasas. En un corto periodo de tiempo, contribuyó de forma muy eficaz a que en el laboratorio se dispusiera de técnicas cromatográficas para el control y autenticidad de grasas, aceites y productos lácteos, que permitió fuera designado por Organismos de la Administración como sede para la realización de Análisis Dirimientes en las inspecciones de alimentos.

Allí también inició su colaboración con otros compañeros con los que desde entonces ha mantenido constantes colaboraciones, participando activamente en el desarrollo de proyectos y dirección de Tesis Doctorales, centrados fundamentalmente en el estudio de la fracción de carbohidratos de leche y productos lácteos, así como sus modificaciones durante los procesos tecnológicos y las posibles aplicaciones al control de calidad de los mismos.

Fue en 1980 cuando se incorporó al Instituto de Química Orgánica General y formó, junto a Jesús Sanz, un grupo de investigación orientado al estudio, tanto teórico como práctico, de separaciones por cromatografía de gases. Surgen en esa época las innumerables aventuras compartidas con otros miembros del grupo de investigación en la preparación de incontables columnas capilares, en el desarrollo de test de eficacia para columnas, etc. Es testigo de primera mano también de la evolución que ha experimentado la GC a lo largo de los años, desde aquellos picos cromatográficos recortados y pesados para su integración, hasta los recientes desarrollos instrumentales basados en técnicas bidimensionales para la separación de mezclas complejas.

Experta en el análisis de carbohidratos, lípidos y compuestos volátiles, ha contribuido, y continúa haciéndolo como Profesora Emérita, al desarrollo de metodologías analíticas avanzadas para su aplicación en alimentos, llevando a cabo una investigación callada a la vez que puntera.

Pero, sin duda, es de reseñar su valiosa aportación al GCTA y, posteriormente, a la SECyTA, siendo editora de la revista "Cromatografía y Técnicas Afines" desde 1983 a 2008. Su dedicación y experiencia han permitido conseguir que hoy en día el boletín sea un foro de gran interés para la divulgación e intercambio de experiencias entre los cromatografistas españoles. Sin Isabel, la revista no sería lo que hoy es.

Para los que nos hemos formado bajo su dirección, siempre ha sido un gran ejemplo a seguir. Nunca dejará de sorprendernos su capacidad para dar respuesta a cuestiones de la más diversa índole. Es sin duda esa inagotable curiosidad científica, que ha sabido contagiarnos, la que la hace merecedora de nuestra admiración.

Finalmente, es de destacar en Isabel su disposición en todo momento a prestar ayuda a cualquier compañero, sin importar el tiempo y esfuerzo que ello suponga. Gracias, Isabel, por seguir compartiendo con nosotros tu interés por la Ciencia.

**Manuela Juárez, Agustín Olano,
M^a Luz Sanz, Ana Cristina Soria**

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **8th Annual LC/MS/MS Workshop on Environmental Applications and Food Safety**
2–4 Julio de 2012. Barcelona (España)
Dr. Mira Petrovic (Conference Secretariat)
Catalan Institute for Water Research (ICRA)
c/ Emili Grahit, 101. Girona (Spain)
Fax: + 34 972 18 32 48
mpetrovic@icra.cat
www.icra.cat/actividades/
2. **PREP 2012: International Symposium on Preparative and Process Chromatography**
15–18 Julio de 2012. Boston, MA (EE.UU.)
PREP Symposium/Exhibit Manager
Ms. Janet Cunningham
Barr Enterprises
www.Linkedin.com/in/BarrEnterprises
301-668-6001
janetbarr@aol.com
http://www.prepsymposium.org/
3. **ICS 2012: 26th International Carbohydrate Symposium**
22–27 Julio de 2012. Madrid (España)
VIBO Congresos
91 196 76 54
http://www.ics2012madrid.com/exhibit.html
ics2012madrid@vibocongresos.com
4. **DIOXIN 2012: 32nd International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants**
26–31 agosto de 2012. Cairns, Queensland (Australia)
MCI Australia
6 Allison Street, Bowen Hills Qld 4006 Australia
Tel. +61 7 3858 5507
Fax: +61 7 3858 5499
www.dioxin2012.org
5. **ISC 2012: 29th International Symposium on Chromatography. ISSS 2012: 17th International Symposium on Separation Science.**
9–13 Septiembre de 2012. Torun (Polonia)
Prof. Dr. Bogusław Buszewski
Mrs. Joanna Kowalska
Nicolaus Copernicus University
Faculty of Chemistry
Chair of Environmental Chemistry & Bioanalytics
7 Gagarin St., PL-87 100 Torun, Poland
Tel. +48 56 6114308 / +48 56 6114308
symposium@isc2012.pl
http://www.isc2012.pl/
6. **ITP 2012: 19th International Symposium, Exhibit & Workshops on Electro- and Liquid Phase-separation Techniques.**
30 Septiembre–3 Octubre de 2012. Baltimore (Maryland, EE.UU.)
Prof. Ziad El Rassi (Chairman)
ITP 2012 Symposium/Exhibit Manager
Ms. Janet Cunningham, Barr Enterprises
LinkedIn.com/in/BarrEnterprises
301-668-6001
janetbarr@aol.com
http://itp2012.okstate.edu/
7. **SPICA 2012: International Symposium on Preparative and Industrial Chromatography and Allied Techniques**
30 septiembre–3 octubre de 2012. Bruselas (Bélgica)
registration@LDOrganisation.com
http://www.spica2012.org/
8. **14th Symposium on the Practical Applications for the Analysis of Proteins, Nucleotids, and Small Molecules**
30 septiembre – 4 octubre de 2012. Scottsdale, AZ (EE.UU.)
https://m360.casss.org/frontend/event.aspx?EventId=37917
9. **XII Reunión de la SECyTA.**
14–16 Noviembre de 2012. Tarragona (España)
Prof. Rosa M^a Mercé
secyta2012@urv.cat
Secretaría Técnica:
Grupo Pacífico
C/ Marià Cubí 4, 08.006 Barcelona
Tel. 902 103 496
Fax 93 238 74 88
secyta2012@pacifico-meetings.com
http://secyta2012.com/index.php/es/
10. **3rd SCARCE International Conference.**
26–27 Noviembre de 2012. Valencia (España)
Secretaría de la Conferencia
Dra. Alicia Navarro-Ortega
Dpto. Química Ambiental, IDAEA-CSIC
Tlf.: +34 93 400 6100 ext.: 5318
alicia.navarro@idaea.csic.es



ARTÍCULOS DE INTERÉS

En los últimos años ha aumentado considerablemente el interés por los antioxidantes naturales en el área de los alimentos funcionales, agricultura y prevención de enfermedades. Para elucidar la actividad de un compuesto determinado generalmente se recurre a la extracción del compuesto puro de una muestra. Este proceso, además de suponer un elevado coste e implicar largos tiempos de preparación de muestra, muchas veces conlleva la pérdida de actividad durante el proceso de aislamiento y purificación. Por este motivo, varios autores han desarrollado nuevas técnicas que permiten tanto la identificación como la evaluación de la capacidad antioxidante de los compuestos presentes en una muestra compleja. Estos sistemas, denominados métodos de evaluación de alta resolución (HRS), en general se basan en el acoplamiento en línea de un ensayo de actividad antioxidante con la separación (previa o posterior) por cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC), empleando un diodo array (DAD) o un espectrómetro de masas (MS) como sistema de detección.

A continuación se presentan tres trabajos donde se proponen distintos sistemas para llevar a cabo este tipo de análisis.

“Comparative evaluation of post-column free radical scavenging and ferric reducing antioxidant power assays for screening of antioxidant in strawberries”

Raimondas Raudonis, Lina Raudone, Valdas Jakstas, Valdimaras Janulis.

Journal of Chromatography A, 2012, 1233, 8-15.

Los autores de este trabajo utilizan el acoplamiento post-columna de HPLC al ensayo 2,2-azino-bis(3-etilbenzotiazolin-6-ácido sulfónico) (ABTS) y al que mide la capacidad para reducir el hierro (III) (FRAP) para evaluar la actividad antioxidante de los compuestos de tres especies de fresas (*Fragaria L.*). De este modo, utilizan dos metodologías diferentes para medir la actividad antioxidante. Otros autores han propuesto sistemas similares; sin embargo, éste es el primer trabajo que considera el empleo del ensayo FRAP.

Una vez que los analitos son separados en la columna, el flujo se divide en dos y una bomba adicio-

na ABTS y FRAP. Los cromatogramas se registran a las longitudes de onda características de estos reactivos, 650 nm para ABTS y 590 nm para el FRAP. Los resultados obtenidos se expresaron como capacidad antioxidante equivalente a Trolox (TEAC).

El método desarrollado se validó evaluando los siguientes parámetros: especificidad, precisión, límite de detección, límite de cuantificación y linealidad. Para ello se utilizaron 12 compuestos con actividad antioxidante previamente descritos en fresas. Como ejemplo de aplicación, se analizaron mediante este sistema extractos etanólicos de *F. Viridis*, *F. Vesca* y *F. Moschata*. La relación entre la actividad antioxidante determinada con ABTS y la resultante de utilizar FRAP fue muy similar, tanto para cada uno de los compuestos puros, como para dichos compuestos presentes en los extractos analizados.

“Identification and characterization of polyphenolic antioxidants using on-line liquid chromatography, electrochemistry, and electrospray ionization tandem mass spectrometry”

Camilla Zettersten, Michelle Co, Sandra Wende, Charlotta Turner, Leif Nyholm, Per J. R. Sjöberg.

Analytical Chemistry, 2009, 81, 8968-8977.

Otros autores han desarrollado acoplamientos en los que la actividad antioxidante se mide utilizando métodos electroquímicos (EC). En este artículo, se propone el empleo de HPLC-EC-MS/MS para determinar qué compuestos tienen actividad en un extracto de cebolla amarilla, así como para elucidar la estructura de los mismos. Considerando que el compuesto presente en mayor cantidad en esta hortaliza es la quercetina, el trabajo está enfocado principalmente a su determinación y a la de sus derivados glucósidos.

Además, este sistema ofrece la posibilidad de determinar la actividad antioxidante de los polifenoles de una muestra, así como la de sus productos de oxidación. Esto se consigue registrando la variación de intensidad de los compuestos productos de oxidación con respecto al potencial aplicado en la celda.

“Screening and characterization of natural antioxidants in four Glycyrrhiza species by liquid chromatography coupled with electrospray ionization quadrupole time-of-flight tandem mass spectrometry”

Yan-Jing Li, Jun Chen, Ying Li, Qin Li, Yun-Feng Zheng, Yu Fu, Ping Li.

Journal of Chromatography A, 2011, 1218, 8181-8191.

Este artículo describe un método para determinar los compuestos responsables de la capacidad antioxidante de cuatro especies pertenecientes al género *Glycyrrhiza* L. (de la familia de las leguminosas), así como para la identificación de los mismos. El método consiste básicamente en la comparación del perfil cromatográfico obtenido por cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas en tándem (HPLC-Q-TOF-MS/MS), antes y después de tratar las muestras con un reactivo que permita la oxidación de los compuestos antioxidantes: el 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH). Los compuestos con actividad antioxidante reaccionarán con el DPPH, disminuyendo así su área de pico en el correspondiente cromatograma. El porcentaje de cada compuesto que no ha reaccionado se calcula a partir de la relación entre el

área del compuesto después de añadir DPPH y el área del compuesto antes de reaccionar.

Los autores de este artículo compararon también sus resultados con los obtenidos utilizando un método DPPH acoplado post-columna a HPLC, concluyendo que, tanto la sensibilidad, como la resolución conseguidas fueron superiores con la adición de DPPH directamente a la muestra. En concreto, la metodología propuesta permitió detectar 35 compuestos con capacidad antioxidante e identificar 21 de ellos, mientras que el ensayo DPPH acoplado post-columna a HPLC únicamente permitió determinar 5 compuestos con actividad.

Como conclusión, las metodologías arriba descritas suponen una forma rápida para la evaluación de la actividad antioxidante de los compuestos presentes en una muestra compleja, así como para la identificación de los mismos.

Gema Flores Monreal

Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos y Nutrición (ICTAN, CSIC)



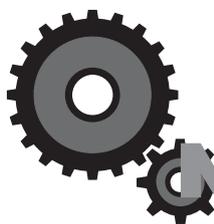
EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

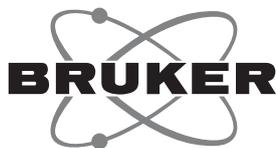
- **AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.**
Ctra. A-6, km 18,200
28230 LAS ROZAS (Madrid)
- **BRUKER ESPAÑOLA, S.A.**
Avda. Marie Curie, 5, Edificio Alfa - Pta. Baja
Parque Empresarial Rivas Futura
28529 RIVAS-VACIAMADRID (Madrid)
- **PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L.**
Avda. de los Encuartes, 19
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- **SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A.**
Ronda de Poniente, 3; 2ª Planta
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- **TEKNOKROMA**
Camí de Can Calders, 14
08173 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.**
Avda. Cerdanyola, 73, 3º Izq
08172 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)
- **IZASA, S.A.**
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **MICRÓN ANALÍTICA, S.A.**
C/ Rafael Bergamín, 16B
28043 Madrid
- **MILLIPORE IBÉRICA, S.A.U.**
Avda. de Burgos, 114
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**
C/ Aragón, 300
08009 BARCELONA
Tlf.: 902 13 02 02
oferta@carburos.com
- **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)



NOVEDADES TÉCNICAS



Bruker Chemical & Applied Markets

BRUKER SCIO LA EXPERIENCIA DEFINITIVA PARA CROMATOGRAFISTAS EN GC/MS Y GC/MS/MS

Hace ya muchos años que los sistemas GC/MS se han convertido en una herramienta rutinaria y fundamental en la mayoría de laboratorios. Desde hace menos tiempo, se han incorporado los sistemas GC/MSMS, que con su selectividad y sensibilidad se han hecho un hueco importante en todas las aplicaciones en muestras complejas.

Ahora Bruker presenta un verdadero salto cualitativo en prestaciones para ambas tecnologías, demostrando que la sencillez no está reñida con las prestaciones y el diseño compacto es el símbolo de innovación en nuestros días. En el Bruker SCION se combinan todas estas cualidades para romper la frontera de sus expectativas.



Bruker: comprometidos con la innovación

Desde su fundación, Bruker destaca por su compromiso con la innovación, Investigación y Desarrollo. En estos tiempos se mantiene y potencia la inversión en I+D+i, motor de marca y seguramente el rasgo que mejor valoran sus usuarios.

Las nuevas líneas de GC/MS y GC/MSMS no son una excepción, desde unas completamente nuevas instalaciones en el corazón del Silicon Valley en California (USA), se ha integrado en tiempo récord un equipo de I+D+i que partiendo de unas claras prioridades en el diseño:

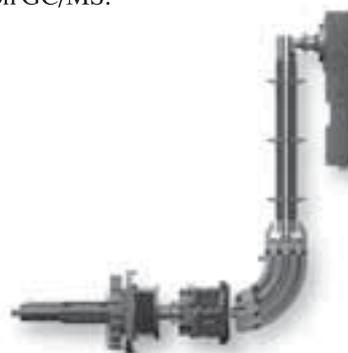
- Máximas prestaciones analíticas de sensibilidad y selectividad.
- Tamaño ultra-compacto.
- Facilidad de uso.
- Mínimo mantenimiento.

Ha desarrollado la nueva plataforma "SCION" diseñada para superar sus expectativas.



SCION™ GC/MS
Simple Cuadrupolo

Un instrumento de rutina como un simple Cuadrupolo, ¿por qué no puede incorporar los últimos desarrollos? La demostración de que es posible está en el Bruker Scion GC/MS.



- Un Diseño de fuente axial, *que garantiza una máxima transmisión al tiempo que un mínimo contacto con la matriz, para un menor mantenimiento.*
- Un Q0 curvado a 90°, *para garantizar que se elimina la matriz de forma efectiva incluso cuando es compleja.*
- Óptica de iones sin lentes, *con una máxima transmisión y mínimo mantenimiento.*
- Bomba turbomolecular de 400 l/s, *sistema de vacío dimensionado para una máxima sensibilidad, único en sistemas de simple Cuadrupolo.*
- Múltiples zonas de eliminación de ruido, *diseño off-axis en varias zonas para la eliminación de ruido y mejora de sensibilidad.*
- Electrónica de hasta 14.000 u/s, *Alta velocidad compatible con Fast.GC y otras tecnologías, reproducibilidad y precisión cromatográficas.*
- Software intuitivo y potente, *basado en la afamada MS Workstation, el nuevo diseño permite una operación de rutina sencilla, diseñada para cromatografistas.*

En conclusión, el Bruker SCION es el primer GC/MS Simple Cuadrupolo, con todas las innovaciones de los sistemas de triple Cuadrupolo, manteniendo la sencillez y efectividad.



SCIO GC/MS/MS Triple Cuadropolo

Aunque ya común en la mayoría de laboratorios analíticos, los sistemas GC/MSMS Triple Cuadropolo siguen siendo relativamente jóvenes en el campo analítico; por ello, el legado de Bruker en esta tecnología permite presentar esta cuarta generación de sistemas, con más de 10 años de experiencia, innovando para un claro liderazgo tecnológico.



El primer punto destacable del nuevo SCION triple Cuadropolo es sin duda su tamaño, exponente de la innovación que contiene en menos de 70cm lineales incluye el GC y el MS más sensible hoy día.

Pero eso es sólo el principio en el sorprendente cúmulo de innovaciones pensadas para la vida real en el SCION:

Ultra-Alta sensibilidad, Máxima sensibilidad en matrices reales, basada en:

- **Diseño sin lentes**, máxima transmisión de iones sin puntos críticos de mantenimiento ni limpieza.
- **Geometría elíptica**, con múltiples zonas de eliminación de ruido y matriz. Exclusiva celda de colisión a 180°, y revolucionarios diseños en la fuente y el detector.
- **Ultratrazas en matrices complejas**, diseñado para el análisis de ultratrazas, con la selectividad imprescindible en matrices complejas.

Robustez, diseñado para la vida real de los laboratorios de rutina:

- **Operación rutinaria**, 24 horas al día, 7 días a la semana.
- **Analizador sin mantenimiento**, sin lentes ni complejas partes que requieran limpieza o ajuste. Mínimos costes operativos de funcionamiento.

Facilidad de uso, con la experiencia de 10 años de trabajo en el laboratorio. Un software diseñado por y para cromatografistas, donde toda la información está disponible de un solo vistazo, y desde la definición del método hasta la revisión de resultados, todo está pensado para la comodidad del usuario.

Métodos multi-residuos fáciles de programar. Por fin un sistema basado en compuestos, y no en complejas programaciones. Simplemente seleccione los compuestos por su nombre en la base de datos, introduzca el tiempo de retención y el software automáticamente definirá el método de trabajo con sus transiciones para una identificación inequívoca. El sistema **“Compound Based Scanning”** será sin duda el nuevo estándar en la programación accesible de complejos métodos MRM. Para más detalles puede descargarse la aplicación #Bruker CA281753.

Todo ello completado por una electrónica de alta velocidad y última generación para un sistema ultracompacto de máximas prestaciones analíticas.

Nuevos foros de comunicación: **“Globalfoodtesting.com”**

Todos sabemos que el complemento imprescindible a las herramientas tecnológicas es el conocimiento y la especialización en un determinado campo de trabajo. La multitud de requerimientos y exigencias que debemos cumplir en un laboratorio actual nos limita a la hora de disponer de toda la información necesaria y nos genera ineficacias claras en el día a día.

Compartir esa información y experiencia, en un foro donde expertos de todo el mundo depositan su conocimiento para un aprovechamiento global, es el objetivo de esta nueva herramienta de comunicación. Creado por expertos y usuarios de las tecnologías de análisis en el campo agroalimentario, puede convertirse en un fuente de conocimiento y experiencia inagotable.

Tal como expresa su “leit motiv” **Descubrir, Colaborar, Triunfar**. El foro www.globalfoodtesting.com pretende ser el lugar de encuentro de expertos de todo el mundo en sus retos analíticos diarios. **Bruker** patrocina esta nueva iniciativa, como el soporte tecnológico anticipando el futuro de cooperación hacia el éxito.

Descubra con nosotros esta revolucionaria herramienta e incorpórese al siglo XXI inmediatamente.



Si desea más información sobre cualquiera de los temas tratados, o de los próximos eventos de presentación de Bruker.

Puede visitar nuestra web:

http://www.bruker.com/es_eventos.html

O enviarnos un email a: info-bcad-spain@bruker.com

SIGMA-ALDRICH®

APLICACIONES EN EL SECTOR PETRÓLEOS DE LAS COLUMNAS CAPILARES SLB-IL111

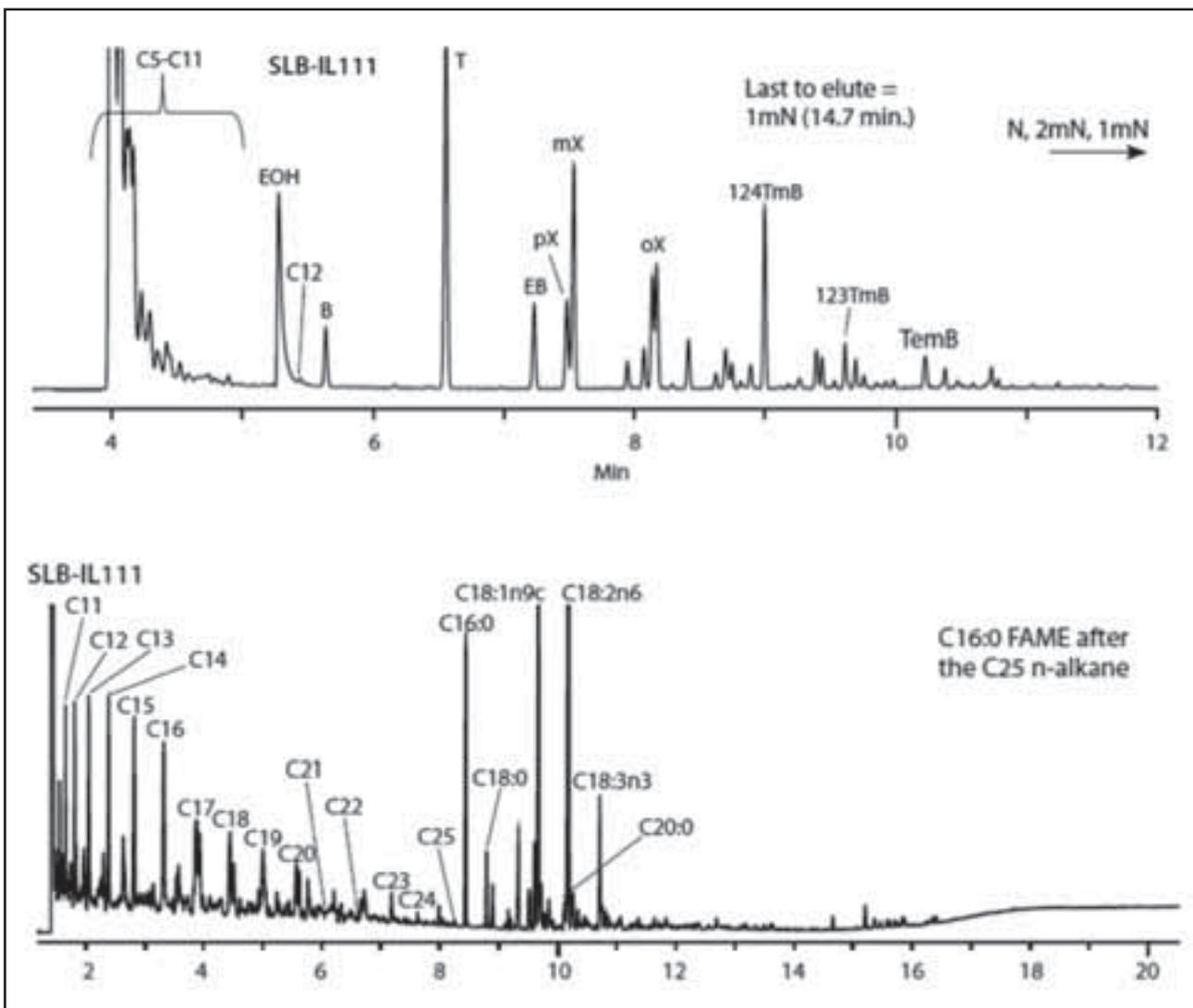
La extrema polaridad de la fase estacionaria de las columnas SLB-IL111 en combinación con su elevada temperatura de trabajo hacen que esta fase sea útil para dos aplicaciones típicas en el análisis de derivados del petróleo:

- Análisis de benceno y otros compuestos aromáticos de la gasolina: Permite un análisis más preciso y reproducible de los compuestos aromáticos y se puede eliminar la necesidad de usar los sistemas de doble columna.

- Perfil de FAMES en análisis de biodiésel B20: permite un fácil análisis del perfil de ácidos grasos, sinónimo de la pureza del biodiésel.

La relación completa de columnas SLB-IL111 disponibles las encontrará en el siguiente vínculo:
www.sigmaaldrich.com/analytical-chromatography/analytical-products.html?TablePage=104140948

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





NUEVA FASE OH-5 (HILIC + IEX) PARA UHPLC ASCENTIS EXPRESS

La nueva fase OH-5 se incorpora a la familia de columnas de cromatografía de líquidos de alta velocidad y alta eficacia, Ascentis Express.

La fase HILIC OH-5 es altamente polar, ya que posee 5 grupos hidroxilo unidos mediante una novedosa y exclusiva ligazón química. Esta fase exhibe una retención mejorada por la fase unida químicamente, junto a los beneficios de la tecnología Fused-Core®.

Lo más destacado de la nueva Fused-Core® OH-5.

- Exhibe retención HILIC e intercambio iónico, con un limitado carácter aniónico de los silanoles y una casi nula sensibilidad a la fuerza iónica.
- La estabilidad de la columna es alta incluso a presiones moderadas en cabeza de columna.
- La eficiencia de la columna es muy buena y, a veces, mejor que la mostrada por columnas con partículas inferiores a 2 micras totalmente porosas.

No deje de estar atento a su puesta en el mercado.
www.sigmaaldrich.com/express

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



AIR LIQUIDE

VÁLVULA SMARTOP® LA INNOVACIÓN AL SERVICIO DE LA ERGONOMÍA, LA CALIDAD Y SEGURIDAD PARA LOS GASES DE LABORATORIO DE LA GAMA ALPHAGAZ

El Grupo Air Liquide es el líder mundial en gases para la industria, la salud y el medio ambiente y está presente en 80 países con 46.200 empleados. El oxígeno, el nitrógeno, el hidrógeno y los gases raros han estado en el centro de las actividades de Air Liquide desde su creación en 1902. Por medio de estas moléculas, Air Liquide está constantemente reinventando su actividad, adelantándose a las necesidades de los mercados actuales y futuros.

El presente artículo explicará en primer lugar los beneficios previstos proporcionados por una nueva válvula innovadora y, en segundo lugar, mostrará los resultados de un estudio de investigación ergonómica realizado para obtener feedback de los usuarios.

Innovación SMARTOP®, es una válvula de botella patentada y diseñada por Air Liquide que incorpora muchas características nuevas que mejoran la calidad, la seguridad y el rendimiento de los productos de gases puros ALPHAGAZ. Lo primero que salta a la vista es que la válvula lleva una palanca, en lugar del volante convencional. La palanca hace que sea más fácil no solo abrir y cerrar la botella, sino también ver si la válvula está abierta o cerrada. Permite evitar fugas de gas que se deban a un cierre inadecuado de la válvula. La siguiente característica importante es el manómetro incorporado, que muestra en todo momento la presión que queda dentro de la botella. Una rápida comprobación del manómetro nos dice si la botella está llena o vacía, de modo que no hay necesidad de conectar un regulador a la botella para comprobar el contenido.

Otro aspecto que diferencia a esta válvula es la seguridad. El diseño incorpora lo que se llama una válvula anti-retorno ó válvula de presión residual (VNR-VPR) que se cierra automáticamente cuando la presión dentro de la botella alcanza un nivel bajo crítico. Dentro de la botella queda una pequeña presión residual para impedir que el aire o los contaminantes externos entren dentro de la botella si la válvula se deja abierta. La calidad del gas es la misma desde el principio hasta el final. La válvula tam-

bién cuenta con una limitación de caudal integrada para garantizar la apertura segura a presión elevada e impide la liberación rápida del gas que entro de la botella si la válvula se abre accidentalmente.



El estudio de investigación al servicio del usuario, se realizó para investigar los aspectos ergonómicos de la botella equipada con la válvula SMARTOP®. Se evaluó la facilidad de uso de dos tipos diferentes de válvulas de botella: válvulas tradicionales con volante y la válvula SMARTOP® con palanca.

El objeto del estudio fue la facilidad de uso de las botellas por parte del personal de laboratorio. Dentro de su actividad, el personal conecta las botellas para realizar análisis. Se definieron protocolos de conexión para preservar la pureza del gas.



Después de entregar un cuestionario preliminar a los usuarios, se identificaron las hipótesis sobre la facilidad de uso del producto de la siguiente forma: a) la válvula de botella tradicional plantea dificultades al usuario a la hora de abrirla; b) la válvula SMARTOP® es más eficaz en relación con la purga; c) la manipulación de SMARTOP® es más sencilla y proporciona una mayor eficacia a la hora de abrir y cerrar la válvula.

Estas hipótesis se evaluaron en primer lugar a través de entrevistas y después a través de un protocolo de conexión y desconexión de botellas de distintos tamaños equipadas con los dos tipos de válvulas, y finalmente se realizó un

ALTURA DEL USUARIO	ARTICULACIONES	CONFORT	VÁLVULA DE BOTELLA BOTELLA B50		CONFORT	VÁLVULA SMARTOP® BOTELLA B50		MEJORA CON SMARTOP®
			ABDUCCIÓN ADUCCIÓN FRONTAL	FLEXIÓN EXTENSIÓN SAGITAL		ABDUCCIÓN ADUCCIÓN FRONTAL	FLEXIÓN EXTENSIÓN SAGITAL	
ALTA	HOMBROS CODO MUÑECA	NO NO SÍ	105°	120° 15°	NO SÍ SÍ	60°	27° 15°	43% 78% 0%
MEDIANA	HOMBROS CODO MUÑECA	NO NO	135°	150°	NO SÍ	95°	40°	30% 73%
BAJA	HOMBROS CODO MUÑECA	NO SÍ NO	140°	60° 40°	NO SÍ SÍ	120°	25° 20°	14% 58% 50%



cuestionario final. Se pidió a una población de hombres y mujeres, con experiencia y sin ella, de distintas estaturas, que compararan el comportamiento de las botellas a la hora de utilizarlas. Se realizó un análisis biomecánico que muestra que la ganancia en confort es mayor en la articulación del codo que en el hombro o la muñeca.

El estudio confirma asimismo que con la válvula clásica, la fatiga se siente más en el hombro y en la muñeca, mientras que la válvula SMARTOP® mejora la sensación de confort. Muestra que la válvula SMARTOP® reduce la sensación de molestia en las articulaciones. Se produce una mejora significativa en los niveles de confort: un 14% en el hombro, un 58% en el codo y un 50% en la muñeca, incluso para los operarios de estatura baja.

Con la válvula tradicional, se siente mayor exigencia física con independencia del tamaño de la botella, mientras que con SMARTOP® se reducen significativamente las molestias. La exigencia de las tareas repetitivas se siente en menor medida con SMARTOP®.

La satisfacción de los usuarios es significativamente superior con la válvula SMARTOP®. Las personas expresan su satisfacción al usar SMARTOP®. Sin necesidad de hacer uso de un manual, ni de instrucciones, ni contar con ninguna experiencia previa, la válvula SMARTOP® es intuitiva a la hora de manipularla, lo que demuestra la facilidad para aprender a utilizarla. La seguridad mejora significativamente con el sistema SMARTOP®: porque la palanca de la válvula es mucho más sencilla de abrir y cerrar que el volante tradicional. En conclusión, la válvula SMARTOP® es sencilla de utilizar incluso para los nuevos usuarios. La palanca on/off aumenta la seguridad y la sencillez, puesto que su uso es muy intuitivo: el 92% de los operarios se sintió seguro al utilizarla. El estudio biomecánico de personal que conecta botellas de gas equipadas con la válvula SMARTOP® muestra una disminución del 30% en la media de movimientos molestos: la válvula SMARTOP® aumenta la eficacia de las operaciones.

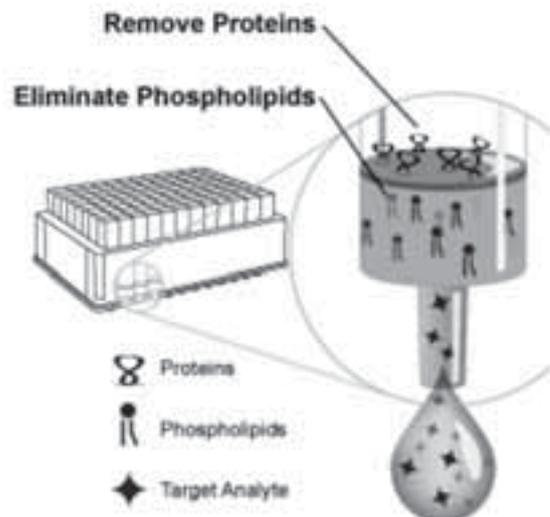


PHENOMENEX INTRODUCE LA TECNOLOGÍA CORE-SHELL HPLC/UHPLC AERISTM PARA PROTEÍNAS Y PÉPTIDOS

Cleanup rápido de muestras de plasma con las nuevas placas de eliminación de fosfolípidos de Phenomenex Phree™

Phenomenex Inc. - Torrance, CA (May 2012), líder mundial en desarrollo y fabricación de nuevas tecnologías para las ciencias de la separación, introduce las placas de eliminación de fosfolípidos Phree™ para el clean up rápido de muestras de plasma en laboratorios de desarrollo farmacéutico y clínico. En un paso, Phree™ elimina tanto proteínas como fosfolípidos y recupera el plasma preparado en la placa de colección. La alta capacidad del relleno Phree™ permite procesar hasta 400µl por placa y eliminar del 99,0 al 100% de lisofosfatidil y fosfatidil colinas que no se eliminan en las placas convencionales de precipitación de proteínas.

Un buen análisis cromatográfico de muestras de plasma requiere la eliminación tanto de proteínas como de fosfolípidos, ya que podrían taponar las columnas de HPLC/UHPLC. Además, los fosfolípidos pueden provocar supresión iónica y reducir progresivamente la sensibilidad debido a una acumulación en la fuente del masas. Phree™ elimina tanto proteínas como fosfolípidos en un paso, eliminando el tiempo del desarrollo del método. El formato de la placa permite procesar simultáneamente 96 muestras para un ahorro significativo de tiempo.



Nina Khoshaba de WIL Research fue una de las primeras en probar el nuevo producto Phree™. Sus comentarios son, “Hemos demostrado que las placas de eliminación de fosfolípidos Phree™ reducen más del 98% del área de pico de seis fosfolípidos que monitorizamos en plasma de rata en comparación con una precipitación de proteínas convencional. Recomendamos el uso de estas placas en la preparación de muestras biológicas para high-throughput LC-MS/MS.”

“*Tanto si su analito de interés es ácido, básico o neutro, Phree™ es un clean up del plasma en un paso rápido*”, explica Erica Pike, Brand manager de Phenomenex. “Las placas de eliminación de fosfolípidos Phree™ ofrecen una alta recuperación de ácidos, bases y neutros sin necesidad de desarrollar un método.”

Para conocer más sobre las placas de eliminación de fosfolípidos Phree™, visite <http://www.phenomenex.com/phreepre>.

Phenomenex, que celebra su 30 aniversario en 2012, es un líder mundial en tecnología comprometido con el desarrollo de nuevas soluciones en química analítica que resuelvan los retos que investigadores de laboratorios de la industria, clínicos, gubernamentales y académicos se encuentran tanto en separaciones como en purificaciones. Desde descubrimiento de fármacos y desarrollos farmacéuticos hasta seguridad alimentaria y análisis medioambientales, las soluciones cromatográficas de Phenomenex aceleran la ciencia y ayudan a los investigadores a mejorar la salud y el bienestar mundial. Para más información de Phenomenex, visite www.phenomenex.com o siganos en Twitter @Phenomenex.

Si tiene CONSULTAS sobre este comunicado contáctenos en: info@phenomenex.com



Contacto:

Micron Analítica, S.A.

Teléfono: 902 500 972

E-mail: info@micron-analitica.com



NUEVA ACE® EXCEL™

COLUMNAS ULTRA-ROBUSTAS PARA UHPLC

- CON LA EFICACIA DE PARTÍCULAS TOTALMENTE POROSAS DE 2 µm.
- CON LAS FASES ÚNICAS DE ACE® PARA UN RÁPIDO DESARROLLO DE MÉTODOS: C18-AR Y C18-PFP.
- COMPATIBLES CON LOS EQUIPOS COMERCIALES DE HPLC Y UHPLC
- FABRICADAS CON EL SISTEMA DE EMPACADO HSCTM QUE DA COMO RESULTADO COLUMNAS ULTRA-ROBUSTAS

Las columnas ACE® EXCEL™ combinan, no sólo la eficacia de las partículas de 2 µm con la selectividad de los rellenos habituales de las columnas de HPLC, tales como C18, C8, AQ, etc., sino que también con las selectividades alternativas que otorgan los rellenos C18-AR y C18-PFP, lo que sin duda facilita el desarrollo de métodos en los casos de compuestos difícilmente retenibles y/o separables por fases C18 convencionales, a pesar de trabajar con partículas por debajo de las 2 µm como pueden ser las partículas de 1,7 o 2,7 µm.

La incorporación de este “pequeño” detalle del tamaño de partícula de 2 µm, en el rango de columnas ACE® no hace más que aumentar la versatilidad de estas herramientas de análisis, otorgando como siempre una excelente forma de pico, tanto para compuestos ácidos como para compuestos básicos, y una excelente reproducibilidad, no sólo columna a columna, sino también lote a lote.

Esa reproducibilidad puede estar afectada por varios factores que van desde la fabricación de la sílica hasta la unión o enlace de la fase estacionaria a esa sílica o el propio empacado de la columna, un factor que se le suele pasar por alto pero que sin duda es de vital importancia a la hora de conseguir resultados reproducibles. Todos los procesos involucrados en la fabricación de las columnas ACE® EXCEL™ están totalmente controlados a fin de conseguir un producto de la máxima calidad.

La tecnología de empaqueo *HSC™*, *Hight Stability Columns*, empleada en las columnas *ACE® EXCEL™* da como resultado columnas ultra-robustas y duraderas. Además de incorporar una frita de entrada especialmente diseñada para reducir el riesgo de taponamiento.

La figura 1 muestra la diferencia de durabilidad entre dos columnas ACE C18 con un tamaño de partícula de 2 µm: una que ha sido empaçada usando la tecnología *HSC™* y otra que no. Se observa, además, que después de 2.000 ciclos de gradientes a 1.000 bares de presión, la eficacia y la forma del pico de la *ACE® EXCEL™* apenas ha sufrido cambios, lo que da idea de la robustez y durabilidad de la columna.

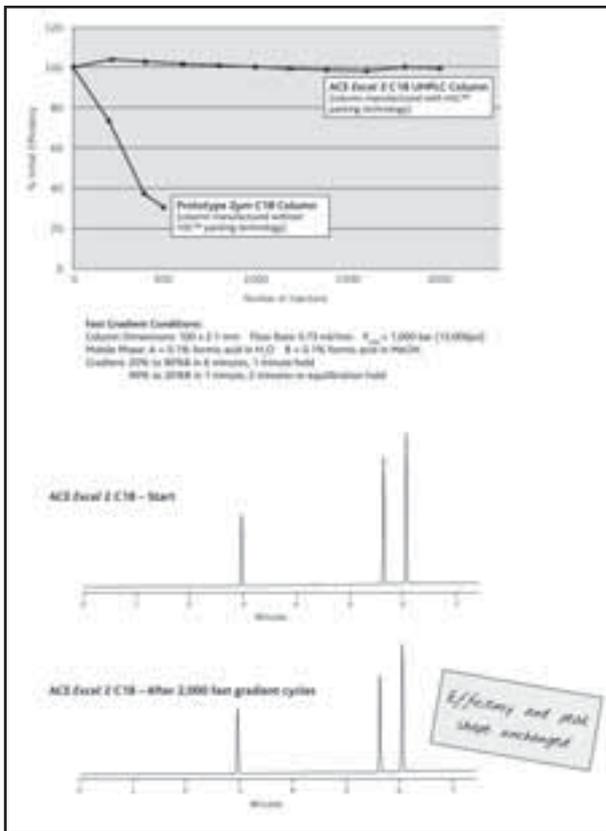


Fig. 1

ACE® UHPLC Reusable Column Connector

Cualquier columna de UHPLC requiere de una correcta instalación de la misma a fin de aprovechar todas las bondades que dicha columna puede brindar. Con el fin de evitar problemas a las altas presiones propias de UHPLC, no se recomienda el uso de conexiones que sean rígidas, es decir, uniones que no permitan el libre movi-

miento relativo entre el tubo, la unión y la entrada de la columna. Una mala conexión entre estos tres elementos puede provocar resultados inesperados en el cromatograma, como colas en los picos, o ligeros desplazamientos de los mismos al introducir pequeños volúmenes muertos en el sistema, o incluso fugas.

Para anticiparse a este problema recomendamos el uso de los *ACE® UHPLC Reusable Column Connector*, conexiones diseñadas para ser instaladas fácilmente y que hacen que esa instalación sea correcta.

Constan de una parte metálica que es el tornillo que rosca a la entrada de la columna y un cono PEEK que permite el movimiento entre el tubo y el tornillo y hace que estos elementos no queden “sellados”. Además, aseguran y mantienen el ratio de presión del sistema.

Para la instalación correcta se recomienda además la aplicación de un determinado par de fuerzas con el fin de proporcionar un ajuste necesario y no excesivo de las piezas en cuestión. Con este propósito se recomienda el uso de la llave que aparece en la figura y que otorga el par de fuerzas preciso para dicha conexión.

Estas conexiones pueden trabajar con ratios de presión de hasta 1.700 bares, son compatibles con todos los equipos de UHPLC y con todas las marcas de columnas de UHPLC.

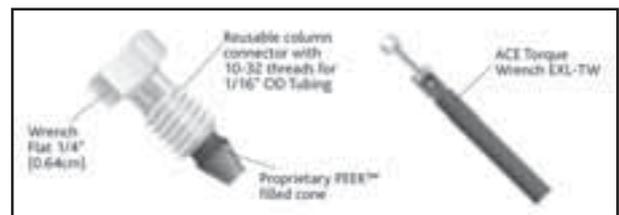


Fig. 2

info@symta.com
 www.symta.com
 Telf.: 91 500 20 60
 Fax: 91 500 00 45



NOVEDADES Y TÉCNICAS APLICADAS

LAS NUEVAS COLUMNAS CAPILARES PARA CROMATOGRAFÍA IÓNICA: IonPac AS18-4 μm y IonPac AS11-HC-4 μm

DIONEX, parte de Thermo Scientific, no deja de innovar en Cromatografía Iónica.

Las nuevas columnas **IonPac AS18-4 μm** y **IonPac AS11-HC- μm** son la combinación perfecta de velocidad y resolución. Se trata de columnas diseñadas para Cromatografía Iónica (IC) Capilar, con gran capacidad y eficiencia. Permiten obtener una resolución excelente en el análisis de aniones inorgánicos y aniones de ácidos orgánicos en matrices diversas.

Comparado con columnas anteriores de la misma familia, estas nuevas columnas usan partículas internas más pequeñas (de 4 μm), lo que implica un gran avance tecnológico. Esta significativa reducción del diámetro de las partículas internas proporciona separaciones más eficientes en menor tiempo (más platos teóricos), integraciones de pico más precisas y resultados analíticos más fiables.

La **IonPac AS18-4 μm** es una columna de intercambio iónico, selectiva a hidróxido y especialmente diseñada para el análisis de aniones inorgánicos en muestras de agua potable y residual, según el método EPA 300.0 (A) y 300.1. Tiene la misma selectividad que la columna capilar IonPac AS18-Fast, pero con las ventajas de la reducción de tamaño de partícula.

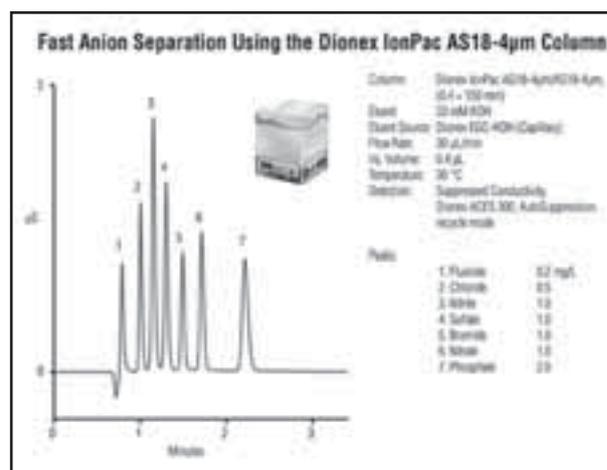
La **IonPac AS11-HC- μm** tiene una selectividad similar a su predecesora, la IonPac AS11-HC, que fue específicamente diseñada para resolver un gran número de aniones inorgánicos y ácidos orgánicos de cadena corta en un mismo análisis usando un gradiente de hidróxido. Esta nueva columna de alta capacidad permite inyecciones de muestras más concentradas, evitando la sobrecarga de la columna y el ensanchamiento de picos, mejorando la separación de lactato, acetato y formiato, entre otros.

Las **IonPac AS18-4 μm** y **IonPac AS11-HC- μm** están disponibles en formato capilar, 0,4 \times 150 mm, que ofrece las ventajas de reducción de consumo de eluyentes, y por tanto, la reducción de los costes instrumentales:

- Reducción de los tiempos de análisis e incremento de la productividad sin pérdida de resolución.
- Separaciones más rápidas de los aniones habituales (menos de 3 minutos).
- Columnas selectivas de hidróxido, para gran variedad de muestras.
- Análisis de aniones inorgánicos y de ácidos orgánicos de cadena corta.
- Cumple con los requerimientos especificados en el método EPA 300.0 (A).

El uso de partículas de resina más pequeñas en las columnas **IonPac AS18-4 μm** y **IonPac AS11-HC- μm** , produce un incremento de presión. Si se trabaja a flujos habituales para la IC Capilar (0,010 mL/min), es suficiente con realizar el análisis en un sistema de cromatografía capilar que llegue hasta 3000 psi. De todas maneras, para poder sacar el máximo rendimiento de estas columnas (análisis rápidos), es mejor trabajar a flujos mayores (0,030 mL/min), donde es necesario utilizar equipos de Cromatografía Iónica Capilar de Alta Presión (HPIC), como el ICS-5000 HPIC o el ICS-4000 HPIC.

Con esta innovación ofrecemos rapidez sin poner en peligro la resolución, simplificando la cromatografía mientras simultáneamente aumentamos el poder y la reproducibilidad del análisis de iones. Las **IonPac AS18-4 μm** y **IonPac AS11-HC- μm** son un nuevo paso para la Cromatografía Iónica.



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

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 CONGRESOS NACIONALES O INTERNACIONALES

DATOS PERSONALES DEL SOLICITANTE:

Apellidos: _____ Nombre : _____

DNI o pasaporte: _____

Dirección postal del Centro de Trabajo:

Centro de Trabajo: _____

Calle o plaza: _____ n.º: _____ letra: _____

Localidad: _____ CP: _____ Provincia: _____

Teléfono: _____ Fax: _____

Correo electrónico: _____

SOLICITA:

AYUDA para asistencia al CONGRESO/REUNIÓN _____

_____ organizado por _____

_____, que se celebra en _____

_____ durante los días _____ de _____ del 20____,

según las condiciones que figuran en el Anexo.

DATOS DE LA COMUNICACIÓN QUE SE PRESENTA:

Título: _____

_____ 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 20____

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

Dra. Belén Gómara
Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental
Instituto de Química Orgánica General, CSIC
Juan de la Cierva, 3
28006-Madrid (Spain)
Tel. 91-5618806 (ext. 385)
Fax: 91-5644853
e-mail: bgomara@iqog.csic.es

Cuota año 2012: 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 Técnicas 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 CROMATOGRFÍA 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 2012

Firma:

Al servicio de la analítica



Health & Health Protection

- Drug Development & Production
- Pre- & Clinical Studies for New Drugs
- Quality Control of final Drug Products
- Therapeutic Drug Monitoring
- Doping Screening and Drugs of Abuse Assessment
- Monitoring of Biomarkers for Diseases e.g. for Cancer
- Solvents & Contaminants in Personal Care Products
- Workplace Air Monitoring for Industrial Hygiene or Air Monitoring in Schools

Food & Beverages

- Quality Control Food Production
- Nutritional Facts of Foods
- Food Monitoring
- Drinking Water Contaminants
- Alcohol content of wine, spirits
- Natural flavour labelling
- Water content of food

Environment

- Industrial Pollution Control
- Water Monitoring
- Urban Air Control (NO_x, SO₂, Ozone)
- Pollution of Beaches & Air due to Oil Spills
- Research

High end Science

- Space Research
- Metabolomic Systems
- Proteomics, Peptide Mapping
- Material Science

Products of Daily Life

- Metal content in plastics such as toys
- Dyes and softeners leachable from plastic ware
- Cosmetics & Personal Care Products
- Volatiles & Leachables from Materials

Industry & Production

- Quality Control of Raw Materials
- Process Control & Optimisation
- Product Purification
- Final Product QC
- Industrial Hygiene

Traffic

- Biofuel, Fuel & Lubricant Composition
- Car Interiors
- Car Exhaust Emission Sampling
- Monitoring Road Side Pollution
- Road Works

Analytical Chemistry

From Wikipedia, the free encyclopedia

For the journal, see [Analytical Chemistry \(journal\)](#). Analytical chemistry is the study of the separation, identification, and quantification of the chemical components of natural and artificial materials.^[1] Qualitative analysis gives an indication of the identity of the chemical species in the sample and quantitative analysis determines the amount of one or more of these components. The separation of components is often performed prior to analysis.

Respaldo todas sus necesidades de Analisis y Purificacion

- Columnas/Accesorios HPLC
- Tubos/Cartuchos/Manifolds SPE
- Columnas/Rellenos Cromatografia Flash
- Columnas/Liners/Purificadores en GC
- Reactivos Analitica
- Fibras/Soportes SPME
- Estandares Quimicos
- Productos para Valoraciones

Mas informacion, llamando al 900 101 376 / 91 657 20 65 o serviciotecnico@sial.com

Sigma-Aldrich Quimica
Ronda de Poniente, 3
28760 TRES CANTOS

PREMIADO CON EL PITTCON EDITOR'S AWARD
DE ORO 2012 AL MEJOR PRODUCTO NUEVO

waters.com

PRESENTAMOS ACQUITY UPC²

LAS SEPARACIONES MÁS DIFÍCILES.
AHORA, EXPONENCIALMENTE
MÁS FÁCILES.

UltraPerformance Convergence Chromatography™

Con el sistema ACQUITY UPC²™ de Waters, podrá finalmente preparar, analizar y comprender compuestos que eran demasiado complejos para las tecnologías LC y GC tradicionales. Ahora, yendo más allá de las técnicas de LC y GC, estará usted abriendo las puertas para afrontar nuevos retos, haciendo de lo imposible, una cuestión de rutina. Esto es ACQUITY UPC², un mundo de posibilidades exponenciales. **Para conocer las posibilidades en su campo, visite waters.com/UPC2.**



Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Ciencias de la vida y farmacéutica | Alimentación | Medio ambiente | Clínica | Análisis químico