



Boletín informativo del grupo de

Cromatografía
y
Técnicas Afines

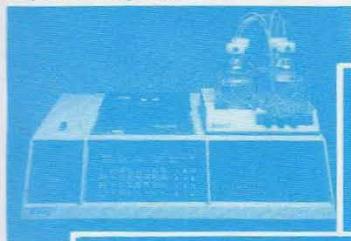
Real Sociedad Española de Química

Madrid, diciembre 1986. vol. 7, núm. 2

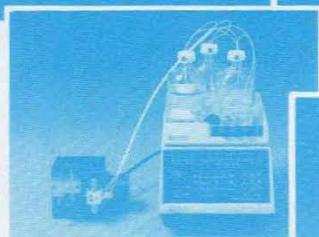
CROMATOGRAFIA LIQUIDA AUTOMATIZADA

Los equipos Spectra Physics están diseñados para resolver sus problemas cromatográficos

Liquid Chromatograph, SP8100XR



Autosampler, SP8780XR



Extended Range Pump, SP8700XR



Refractive Index Detector, SP6040

Para un eficaz laboratorio de HPLC

Nuestro sistema local de comunicaciones LABNET™ es único. Permite que dos o más instrumentos Spectra Physics funcionen como un sistema integrado.

Aunque Ud necesite analizar diariamente centenares de muestras, puede estar tranquilo, seguro de que sin atender su sistema cromatográfico obtendrá resultados positivos.

UV-Vis Detector, SP8440XR



Computing Integrator, SP4290

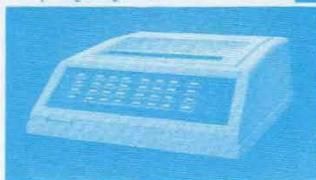


Para una integración fiable y exacta

Los integradores Spectra Physics hacen mucho más que imprimir picos y calcular áreas. Sus programas manejan datos complejos y ofrecen automáticamente la impresión de su información y análisis.

Con sólo pulsar una tecla, un diálogo simple le permitirá comenzar. Si Ud. está interesado, puede incluso escribir y añadir sus propios programas.

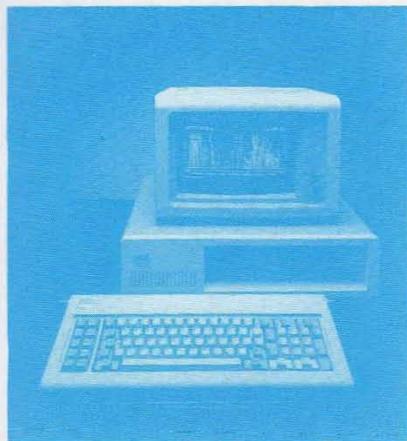
Computing Integrator, SP4270



Computing Integrator, SP4200

Para un seguro almacenamiento, recuperación y reprocesado de cromatogramas

El ordenador LABNET-XT/AT recoge datos de sus integradores mientras Ud. se comunica con cualquier módulo del cromatógrafo líquido, sin salir de su despacho. El IBM PC XT/AT, equipado con nuestro software, garantiza el máximo rendimiento del sistema. Y es muy sencillo aprender a trabajar con LABNET-XT/AT.



LABNET-XT Computer

LASING, S.A.
Marqués de Pico Velasco, 64
28027 Madrid
Tels. (91) 268 36 43 - 268 08 79

 Spectra-Physics

LIDER DE AUTOMATIZACION EN CROMATOGRAFIA

BOLETIN INFORMATIVO DEL GCTA

Madrid, diciembre de 1986. Volumen 7, número 2

INDICE

- 55 LA PROFESORA MOLERA.
- 56 MIS CONVERSACIONES CON MARIA JOSEFA MOLERA, por M.D. Cabezudo.
- 59 PALABRAS DEL PRESIDENTE.
- 61 COLUMNAS MICRORRELLENAS Y COLUMNAS CAPILARES ABIERTAS CON ELEVADO ESPESOR DE PELICULA DE FASE. COMPORTAMIENTO CROMATOGRAFICO, por T. Herráiz.
- 67 ASPECTOS PRINCIPALES EN LA OPTIMIZACION DE LOS PARAMETROS OPERACIONALES DE LA TECNICA AECC, por J.I. Gómez Belinchón.
- 74 INFORMACIONES.
- 79 ALGUNAS PUBLICACIONES DE MIEMBROS DEL GCTA.
- 83 NUEVOS MIEMBROS DEL GCTA.
- 85 DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS.

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

Redacción: Isabel Martínez Castro
Guillermo Reglero

Depósito legal: M-1902-1975

Imprime: HELIOS, S.A., Conde de Cartagena, 18 - 28007 MADRID



JUBILACION
DE
MARIA JOSEFA MOLERA MAYO

la profesora molera

El 31 de diciembre de 1986 se jubila María Josefa Molera Mayo, que fue la primera persona que ocupó la presidencia del Grupo Especializado de Cromatografía y Técnicas Afines.

María Josefa Molera realizó sus estudios en la Facultad de Ciencias (Sección de Químicas) de la Universidad Complutense de Madrid, dedicando unos años a la enseñanza en la Cátedra de Química Técnica de dicha Facultad y pasando después a realizar su tesis doctoral en el Instituto Alonso Barba, actualmente en el Instituto Rocasolano de Química Física del Consejo Superior de Investigaciones Científicas. En esta Institución ha permanecido dedicada a la investigación, desde su creación, hasta estos momentos.

Entre los temas de trabajo que ha tocado figuran estudios electroquímicos, cinéticos en fase líquida y gaseosa, en campos como isomerización, pirólisis, inhibición de reacciones, combustión, mecanismos de reacción, radicales, cromatografía de gases, etc. (Ha trabajado con isótopos radiactivos en varias ocasiones...). Pueden destacarse sus aportaciones en el terreno de la inhibición de reacciones pirolíticas, diversas aportaciones al conocimiento de las reacciones de combustión entre las que podemos destacar el descubrimiento y estudio de la transición gradual de la llama fría a la explosión, fenómeno que no había sido observado por ningún otro investigador; o en cromatografía de gases, su aportación al conocimiento de las fases estacionarias mixtas. Impulsó y participó en la construcción de uno de los primeros cromatógrafos de gases construidos en España.

Su labor científica ha sido premiada en diversas ocasiones: Premio Extraordinario de Doctorado, Premio Alfonso X el Sabio del CSIC, Premio Perkin-Elmer Hispania, Medalla de Química de la Real Sociedad Española de Física y Química, Ayuda de la Fundación Juan March... Ha dirigido numerosas tesis doctorales, participado en congresos nacionales e internacionales, publicado trabajos científicos... Ha ocupado cargos en el Instituto "Antonio de Gregorio Rocasolano" donde trabaja: secretaria, jefa de sección, jefa de departamento... Muchas de las personas que iniciaron su carrera investigadora bajo su dirección son ahora investigadores de prestigio dentro y fuera del Consejo Superior de Investigaciones Científicas u ocupan cargos importantes en la industria.

Bajo su presidencia, el GCTA inició su andadura, participando en la organización de las primeras Reuniones Científicas, entre las que figuran la organización del Simposio Internacional de Cromatografía de Barcelona, en 1974, o su participación en el de Birmingham de 1976, organizado entre otros grupos científicos por el GCTA.

Ha demostrado siempre un afán de trabajo encomiable, y en estos momentos muestra el mismo entusiasmo que demostraba años atrás cuando comenzaba su carrera científica. Todos somos conscientes de que su merecido retiro va a suponer una pérdida para la Ciencia.

Desde estas páginas le damos las gracias por lo que hizo por el GCTA y le deseamos toda clase de felicidades en su nueva etapa.

J.A. García-Domínguez

mis conversaciones con maría josefa molera

por María Dolores Cabezudo

Si alguien dijera que María Josefa había actuado con frivolidad en alguna ocasión de su vida, por nimia que fuera, no la conoce. Observando la imagen que yo misma me he ido formando de ella a través de mi relación profesional, que luego ha derivado en una gran amistad, la no frivolidad es el rasgo que me parece más a propósito para dar comienzo a estas impresiones. Casi a la par, situaría yo su laboriosidad continuada. No se puede decir de ella que sea una persona nerviosa, sino una navarra con nervio. Otras muchas facetas de su personalidad podría enumerar pero, para ceñirme a su estilo, voy a tratar de demostrarlas, mejor que recitarlas, con motivo de su jubilación.

La vida de María Josefa, es una mezcla de vida profesional y familiar, con una pequeña componente de vida cívica, porque *"si quieres vivir ambas cosas plenamente, no te queda más tiempo para la vida ciudadana que el de aparcar bien el coche"*.

Vivir en Madrid los primeros años cuarenta no era fácil por lo que, aunque no hubiera sido por su decidida vocación por la Química y su gran sentido de la responsabilidad, hubiera hecho una carrera brillante, porque tenía que asegurarse la oportunidad de trabajar inmediatamente: *"Había que sobrevivir y esforzarse por resolver el porvenir"*.

Cuando le pregunto a M.J. si no temía que su condición de mujer fuera un inconveniente, o incluso, si lo ha padecido después, contesta rápidamente: *"¡En absoluto!"*. Tengo que pedirle que me cuente anécdotas para que nos enteremos de que: *"Cuando terminé la carrera, participé de las clases prácticas en la Cátedra de Química Técnica de la Universidad Central; cátedra que entonces desempeñaba el profesor Antonio Rius. Yo debía explicar unos apuntes de cátedra por lo que tuve que estudiarlos muy a fondo. Cuando el profesor Rius decidió publicar, basándose en dichos apuntes, el que creo que fue primer libro español*

de introducción a la ingeniería química, me confió la revisión del texto que contenía algunas inexactitudes e imprecisiones de concepto debidas a la rapidez con que habían sido hechos los apuntes. Puse mucho interés en corregirlos lo mejor posible, y el profesor Rius, con la delicadeza que le caracterizaba, hizo constar en el prólogo que yo había revisado el manuscrito".

Probablemente éste fue un paso que otros estudiantes habrán dado y les habrá valido la confianza de su futuro director de tesis. Lo que ya resulta menos probable, en el caso de los varones, es que puedan contar lo siguiente: *"Habiéndome propuesto el profesor Rius si deseaba que me dirigiera la tesis doctoral, acepté inmediatamente por su gran prestigio y la gran estima que nos merecía a todos nosotros, pero ello implicaba mi adscripción al que se seguía conociendo como 'Instituto Rockefeller', en condición de becaria. No pudo ser así, porque el entonces director, profesor Casares, no admitía ninguna mujer en el Instituto; no obstante se me propuso realizar la tesis doctoral en la antigua Facultad de Ciencias, en la calle de San Bernardo, yo sola, en un recinto donde no había ni calefacción. Y la verdad, yo que no me sentía una madame Curie, no me sentía con fuerzas para afrontar tanta soledad y tanto frío. Por distintas razones, cuatro años más tarde de lo que debió haber sido, pude incorporarme al actual Instituto "Rocasolano", después de que una compañera y gran amiga —María Teresa Vigón— hubiera abierto el camino". Pero "estas cosas, son cosas de la época, y había que contar con ellas", ahora "estoy en mayor desacuerdo con muchas de las reivindicaciones feministas al uso"*.

El tema es lo bastante candente como para que yo haya querido insistir argumentando que, aún existiendo barreras, quizá M.J. las ha podido ir salvando por ser una mujer con una inteligencia superior a la

media y a la de muchos hombres, pero en esto es rotunda, para cortar por lo sano diciendo: *"no conozco cuál es la media y no vale la pena hablar más de este asunto"*.

Para M.J. la vida familiar intensamente vivida es compatible con una vida profesional intensamente vivida también: *"He hecho balance de mi dedicación a ambas tareas y puedo decir con exactitud, porque las he contado, que en muchas épocas de mi vida han sido 40 horas semanales dedicadas a la investigación y otras 40 a mi marido y mis hijos. Haberme casado con un compañero, ahora catedrático, ha sido un motivo de plenitud y he de confesar que esto ha contribuido a una estupenda relación entre nosotros. La educación de mis hijos me ha resultado una tarea apasionante. He tenido y tengo la gran ayuda de mi madre, ahora con 90 años, pero aún así, he renunciado a bastantes cosas, casi sin esfuerzo, porque esa renuncia me permitía dedicarme mejor a mi familia y esto me interesaba mucho. Por ejemplo, cuando mi grupo recibió un premio internacional por un trabajo de cromatografía, no quise desplazarme a Estados Unidos por no perturbar la vida de mi casa, y el premio tuvo menos relieve"*. Otro ejemplo: *"Qué duda cabe que, para un científico es muy necesario el dominio de idiomas. Pues bien, aunque ya hablaba, por ese motivo, francés e inglés, me impuse estudiar alemán durante seis años para poder ayudar a mis hijos que estudiaban en un colegio bilingüe"*.

¿Consejos a los jóvenes, desde la plataforma de la jubilación? *"Pero, ...si dan a entender que no los necesitan, que cualquier cosa que les podamos decir los mayores, por ese mero hecho, es inservible.."*. Esto hace pensar que también en el mundo de los investigadores hay fisuras entre los jóvenes y los adultos: *"lo malo es que son fisuras muy dolorosas, aunque la colaboración —no*

digo la fidelidad— es también una fuente muy importante de satisfacciones". ¡M.J.! de 17 doctores, cuyas tesis has dirigido, ¿cuántos han reconocido la labor del director de tesis: *"Casi todos, error 6 por 100"*.

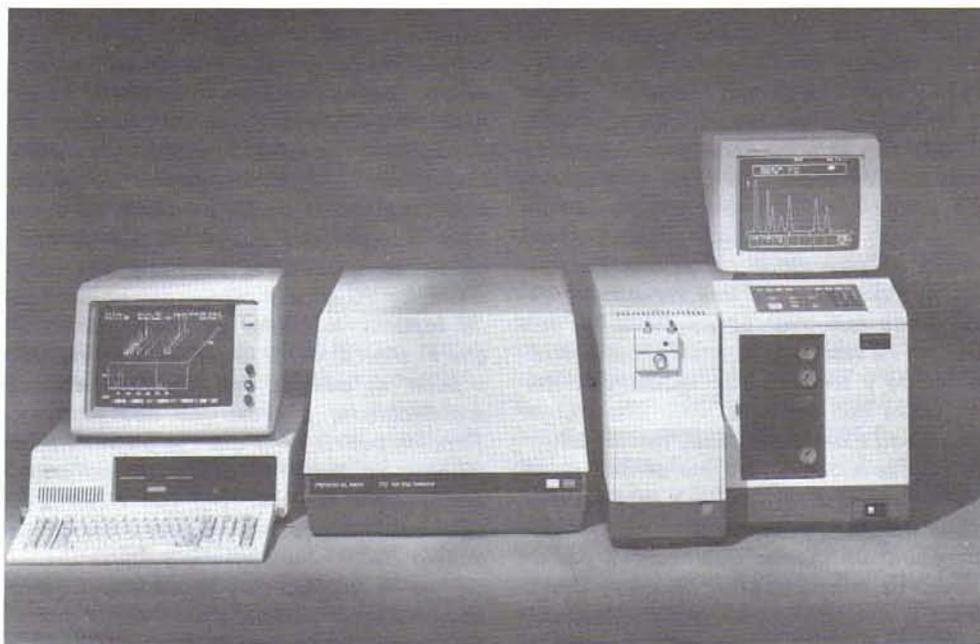
Dime, aunque sea improvisando: ¿Qué sentimientos te despierta esto de la jubilación? *"No tengo que improvisar porque es algo sobre lo que he reflexionado desde hace tiempo. No es justo, porque estoy en condiciones de seguir trabajando bien. Comprendo que el laboratorio no es un club para recreo de los jubilados, pero me irrita recordar que cuando obtuve mi condición de funcionaria era hasta que cumpliera los 70 años y no he roto ninguna de las restantes cláusulas de aquel pacto. Sé que el dinero, desde ahora va a ser menos, a pesar de que los investigadores estamos acostumbrados a llevar una vida austera... También podría decir que me alegra la jubilación para hacer lo que antes no pude: me gustaría aprender a pintar al óleo, es algo que siempre he deseado y nunca he podido hacer. También me gustaría meterme en la cocina, pero sinceramente esto tiene menos emoción: si conoces el grosor del filete y tienes un termómetro para medir la temperatura del aceite... dónde está el mérito de que te salga bien el solomillo?"*.

¡María Josefa! Permíteme que te dé un consejo, aunque seas mi entrevistada: No te creas eso de que los jóvenes desestiman las sugerencias de los mayores. Eso será de según cuales. Y tú tienes mucho que decirles, no sólo porque iniciaras tu vida profesional bajo la dirección del profesor C.N. Hinshelwood, de Oxford, que luego llegó a premio Nobel de Química en 1956, y porque luego mantuvieras una estrecha relación con el profesor G. Porter, de Sheffield, también premio Nobel de Química en 1968.

PERKIN-ELMER HISPANIA, S.A.

LA ALTERNATIVA ESPERADA EN ESPECTROMETRIA DE MASAS

- DETECTOR ESPECIFICO Y UNIVERSAL
- IDENTIFICACION
- CUANTITATIVO LIBRE DE INTERFERENCIAS



Todo lo que usted hubiese deseado

- Línea de transferencia en sílica fundida adaptable a cualquier cromatógrafo capilar.
- Librería de espectros de masa NBS/EPA conteniendo 42.000 compuestos.
- Velocidad media de búsqueda de un espectro en biblioteca 35".
- Resolución una unidad de masa en todo el rango.
- Autodiagnóstico incorporado.
- ...y muchísimas cosas más.

A PARTIR DE 6.500.000

Para cualquier información:
PERKIN-ELMER HISPANIA, S.A.

28034 Madrid. La Maso, 2. T. 734 04 00
08017 Barcelona. General Vives, 25-27. T. 212 22 58
41011 Sevilla. Avda. Rep. Argentina, 39. T. 45 70 22
48014 Bilbao. Avda. del Ejército, 11. T. 447 10 21
46008 Valencia. Buen Orden, 11. T. 325 17 52
18008 Granada. Compositor Ruiz Aznar, 1. T. 11 96 12

palabras del presidente

Hay un área muy importante del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines, que yo sí mencionaba en el primer Boletín del GCTA, publicado en julio de 1973, y que no ha adquirido la integración en los laboratorios de cromatografía de España como verdaderamente le corresponde. Me refiero a las "TECNICAS AFINES", encabezadas preferentemente por la espectrometría de masas, seguida por la espectrofotometría de infrarrojo y otras técnicas instrumentales. Parece ser que la causa más significativa de esta falta de extensión en sus aplicaciones haya sido el elevado precio de la instrumentación y la exigencia de un técnico especializado que interprete y analice los resultados. Todo ello la ha hecho prohibitiva hasta la fecha para la mayoría de los laboratorios cromatográficos.

Por otra parte se ha puesto de manifiesto este año, como decía en el Boletín anterior, que la cromatografía es la técnica analítica más difundida en los laboratorios de análisis instrumental. No es de extrañar, pues, que las empresas diseñadoras de equipos hayan dedicado especial atención a subsanar esta deficiencia, que una vez eliminada, por una parte amplía las posibilidades de utilización de la cromatografía en su faceta cualitativa, y por otra, facilita la integración de precisamente estas técnicas. Como desde hace años la cromatografía es una técnica avanzada, íntimamente relacionada con proyectos de vanguardia, y que sigue manteniendo su posición en cabeza, precisamente 1986 va a ser decisivo para la incorporación de equipos cromatográficos integrados con las técnicas afines. Desde ahora va a ser posible la medición de los efluentes de la cromatografía de líquidos y de gases por espectrofotometría de ultravioleta, trampas de iones y espectrofotometría de infrarrojo con transformadas de Fourier en equipos que se han comercializado este año y son, por su precio no muy elevado, asequibles a un gran número de laboratorios que antes no podían trabajar, por limitaciones económicas, en el campo de las técnicas afines. La manera de abordar el análisis cualitativo cromatográfico con los nuevos equipos integrados es bastante satisfactoria, los fabricantes los anuncian como detectores discriminativos para los cromatografistas, y aunque en realidad no resuelven el ciento por ciento de los problemas cualitativos que se presentan en la práctica creo que resolverían el 90 por ciento de los mismos. El resultado inmediato será indefectiblemente la extensión extraordinaria de las técnicas afines utilizadas por especialistas medianamente entrenados. Posiblemente en los casos más complicados se haya de recurrir a las Técnicas Afines en su más completo grado de sofisticación. Como ejemplo representativo de este grado extremo y avanzado está la técnica conjunta conocida como *CC/GC-REMPI-TOF-MS-LIF-FID* (Capillary Column Gas Chromatography, Resonance Enhanced Multiphoton Ionization, Time of Flight Mass Spectrometry, Laser-Induced Fluorescence with parallel Flame Ionization Detector). (Referencia en Informe IS-T-1262, Base de Datos NTIS) que es el caso más diversificado que he encontrado en la bibliografía.

Son temas generales y rutinarios que se pueden citar por su importancia a todos los miembros del Grupo, la celebración con éxito de la reunión anual del GCTA dentro del marco de la XXI Reunión Bienal de la Real Sociedad de Química en Santiago de Compostela, con una gran afluencia de asistentes y de presentación de comunicaciones orales y carteles y la próxima reunión, como se anuncia en este boletín, que tendrá lugar el año 1987 en Barcelona. Espero que seguirá aumentando el número de asistentes y comunicaciones como ha venido ocurriendo hasta la fecha.

Finalmente, he de resaltar un acontecimiento que nos habría de llenar de júbilo como su nombre indica, pero, que personalmente siento, como supongo lo harán los demás componentes del Grupo, y es la jubilación de nuestra compañera María Josefa Molera. El 27 de octubre de 1972 fue autorizada por la Real Sociedad Española de Física y Química la constitución del Grupo y nombrada presidenta provisional María Josefa, que

después en 1973 fue elegida por votación y ha sido, por lo tanto, nuestra primera presidenta. Como suele ocurrir en estos casos, le correspondió la fase de trabajo más dura de cualquier organización que es su constitución y su desarrollo inicial. Su elección fue principalmente el resultado de su gran dedicación a la cromatografía, que se trata más ampliamente en este número del boletín, desde que construyó su primer cromatógrafo en el año 1958, hasta la fecha. Han sido muchos años de investigación en cromatografía, técnica que como enseña la experiencia está casi siempre formando parte de proyectos de vanguardia.

Esto es algo muy reconfortante para los especialistas cromatográficos y es que tienen la garantía de no necesitar lo que está bastante de moda y es la reconversión, por dedicarse a especializaciones obsoletas. También hay que resaltar que cuando empezó a trabajar en cromatografía María Josefa, los técnicos dedicados a la especialidad podían contarse con los dedos de una mano, y aún sobraban. Es curioso comparar con los que se dedican hoy en día a la cromatografía y técnicas afines. Su jubilación esperamos que no represente el abandono del Grupo y de la Cromatografía, sino que pase a formar parte del pequeño número de cromatografistas que oficialmente no se dedican a la técnica, pero que siguen perteneciendo al Grupo.

**REAL SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUIMICA
GRUPO DE CROMATOGRAFIA Y TECNICAS AFINES**

HOJA DE INSCRIPCION

APELLIDOS NOMBRE

Ciudad(DP.....) calle núm.....

Industria u organización

..... Ciudad (Dep.)

calle..... núm.

Firma,

Si desea hacerse socio del GCTA, rellene y envíe la hoja de inscripción al secretario del Grupo:

Marta Herráiz - Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines.

Juan de la Cierva, 3 - 28006 MADRID.

Cuota anual: 1.350 ptas.

columnas microrrellenas y columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase. comportamiento cromatográfico.

Tomás Herráiz

Instituto de Fermentaciones Industriales.

INTRODUCCION

Entre los distintos tipos de columnas gas-cromatográficas disponibles actualmente destacan las columnas capilares abiertas convencionales, las columnas microrrellenas y las columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase. Otras columnas, tales como las SCOT (Support Coated Open Tubular) (1), son hoy en día de menor utilidad debido a problemas de actividad superficial del soporte, a la dificultad de preparar columnas con longitudes superiores a 20 metros y porque algunas de las anteriores cubren su campo de aplicación. Las columnas rellenas clásicas poseen baja eficacia en comparación con las microrrellenas y se utilizan para resolver problemas sencillos.

Las columnas capilares abiertas convencionales presentan eficacias que aventajan claramente tanto a las columnas microrrellenas como a las columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase. Desde 1979 pueden construirse con tubo de sílice fundida (2), lo que las ha hecho flexibles y prácticamente inertes, y son de gran utilidad en el análisis de muestras complejas (3, 4, 5, 6). En principio, se podría pensar en ellas para resolver cualquier tipo de problema analítico abordable por cromatografía de gases. Sin embargo, la realidad es otra, ya que estas columnas carecen de virtudes que sí reúnen las columnas microrrellenas y capilares abiertas con elevado espesor de película de fase (7,8).

En las columnas capilares abiertas convencionales el flujo de gas portador es bajo al estar construidas con tubo de diámetro pequeño. Poseen, además, baja capacidad de carga debido a la relativamente pequeña cantidad de fase líquida en el interior de la columna (9). Ello resulta un inconveniente en el análisis de compuestos presentes en cantidades traza, en el acoplamiento con una técnica espectroscópica y en el análisis olfativo del efluente de la columna. Asimismo, pueden presentar problemas de resolución en el análisis de compuestos muy volátiles. Por otra parte, requieren sistemas de inyección con divisor de flujo en los que suelen ocurrir fenómenos de discriminación que dificultan el análisis cuantitativo (10,11).

COLUMNAS CAPILARES ABIERTAS CON ELEVADO ESPESOR DE PELICULA DE FASE

A las columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase introducidas en 1983 (12,13) se les ha atribuido las siguientes ventajas: elevada capacidad de carga, prácticamente nula actividad superficial, análisis de compuestos en cantidades traza (12), buenos resultados en el análisis de compuestos muy volátiles (14,15) y posibilidad de trabajar con inyectores sin divisor de flujo (12,13). La denominación de estas columnas hace referencia exclusivamente al elevado espesor de película de fase; sin embargo, por ser columnas capilares abiertas el diámetro es un parámetro fundamental (16). Con un diámetro similar al de una columna capilar convencional aumenta la eficacia de la columna pero obliga a trabajar con divisor de flujo, disminuye la capacidad de carga, y con ello,

la posibilidad de analizar compuestos en cantidades traza y realizar el análisis olfativo del efluente; un diámetro mayor provoca disminución de la eficacia pero se mantienen las ventajas atribuibles a este tipo de columnas. En este trabajo se consideran columnas capilares con elevado espesor de película de fase con diámetros de tubo en torno a 0,5 mm, cuyo comportamiento ha sido estudiado recientemente (17). Sería, por otra parte, interesante estudiar las características de columnas con elevado espesor de película de fase y diámetros intermedios entre los correspondientes a una capilar convencional (0,25 mm) y los de las columnas estudiadas por nosotros (0,5 mm).

COLUMNAS MICRORRELENAS

Las columnas capilares rellenas (18) actualizadas recientemente por Reglero y col. (19) son columnas eficaces, permeables y con capacidades de muestra relativamente grandes. Sus eficacias absolutas, siendo mucho mayores que las que proporcionan las rellenas clásicas, no son comparables a las que presentan las columnas capilares convencionales, pero se utilizan dada su simplicidad de manejo y ante ciertas restricciones de éstas. En todo caso en estas columnas pueden conseguirse, usando Volaspher como soporte sólido (20), eficacias de 6.200 platos teóricos por metro ($k = 3$, $d_c = 0,5$ mm) para fases no polares y 2.000 platos teóricos por metro ($k = 3$, $d_c = 1$ mm) para fases polares (21).

A este tipo de columnas se les ha atribuido las mismas ventajas que a las columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase y han sido utilizadas en el análisis de muestras medianamente complejas (19, 21, 22, 23).

ESTUDIO COMPARATIVO

Las columnas capilares abiertas convencionales proporcionan los mejores resultados en cuanto a resolución en el análisis de muestras complejas. Sin embargo, muchos problemas de análisis son puntuales, otros sencillos (hasta diez compuestos) y otros ya medianamente complejos (hasta 40 compuestos); en estos casos es factible utilizar cualquiera de los otros dos tipos de columnas eligiendo bien la dimensión y fase de la columna y optimizando el proceso para una buena separación. Los resultados pueden ser satisfactorios, más aún, si se pretende el análisis de compuestos en cantidades traza, el análisis de compuestos muy volátiles, o simplemente buenos resultados cuantitativos.

Cuando la separación requiere una fase líquida mixta o una fase difícil de entrecruzar se puede utilizar una columna microrrellena. Un ejemplo es el análisis de volátiles mayoritarios de productos derivados de la fermentación alcohólica. Recurriendo a modelos matemáticos que interpretan el comportamiento de la banda de elución en la columna (24), se ha diseñado recientemente una columna de fase mixta para su separación (22). (Figura 1).

La realización de un estudio comparativo (17) nos ha permitido delimitar el campo de utilización y determinar el comportamiento de las columnas microrrellenas y de las columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase en cuanto a capacidad de carga, tiempo de análisis, resolución y eficacia. Se pretende conocer cuál de los dos tipos es la columna a utilizar con más ventajas. Como criterio de comparación, se ha elegido el que las columnas presenten intervalos de relaciones de fase similares. La fase líquida utilizada es una metil silicona OV-1 y se ha trabajado con columnas capilares abiertas de elevado espesor de película (0,8-3 μm) y diámetros internos comprendidos entre 0,45 y 0,53 mm, y con columnas microrrellenas de 0,85 mm de diámetro interno con porcentajes de impregnación teóricos entre 2 y 6%. Como gas portador se utiliza helio y el estudio se realiza sobre una serie homóloga de ésteres etílicos.

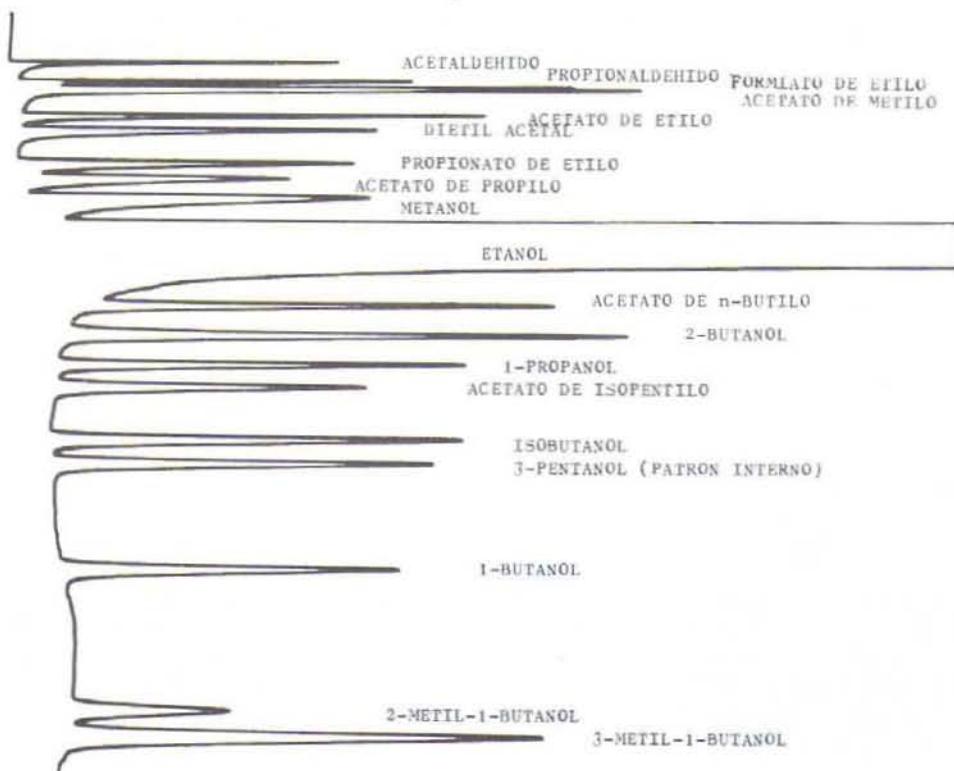


Fig. 1. Cromatograma obtenido de una solución sintética de los volátiles mayoritarios del vino en Etanol: Agua 10:90 (v:v). Columna Karbis 5 m x 0,85 mm de diámetro interno de tubo vidrio pyrex desactivado y rellena con Carbowax-300 + Bis-2-etil-hexil sebacato (92:8) 4% sobre Volaspher A-2 desilanzado 100-120 μm . Gas portador N_2 (5,5 Kg/cm²). 50-75 °C (1 °C/min.) 75 °C isoterma. Velocidad del papel 0,5 cm/min.

El término de resistencia a la transferencia de materia es decisivo en la eficacia de la columna cromatográfica (25). En la mayoría de los casos es superior en las columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase; sin embargo, en columnas con espesores bajos (0,86 μm), su valor es prácticamente igual al existente en las columnas microrrellenas. Al aumentar el espesor de película aumenta la resistencia a la transferencia de materia en la fase líquida, efecto que es más acusado en solutos poco retenidos.

Las columnas microrrellenas tienen mayor eficacia específica (N/m) que las columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase, consiguiéndose los valores más altos para porcentajes de impregnación teóricos en torno al 4%. En las columnas capilares abiertas la mayor eficacia se consigue con los espesores de película más bajos.

La eficacia es mayor según aumenta el factor de capacidad del soluto tanto en las columnas microrrellenas como en las columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase líquida. En estas últimas, se produce una pérdida importante de eficacia en solutos poco retenidos, normalmente solutos muy volátiles (tabla 1).

Tabla 1. Altura equivalente a un plato teórico (H) para solutos de una serie homóloga de ésteres etílicos (C₇-C₁₁) con factor de capacidad k en columnas microrrellena y capilar de elevado espesor de película de fase con la misma relación de fases ($\beta = 57$).

Soluto	k	H (mm)	
		Microrrellena	Capilar
Hep. Et.	4,46	0,71	1,88
Oc. Et.	7,92	0,71	1,43
Non. Et.	13,8	0,68	1,06
Dec. Et.	24,3	0,65	0,80
Und. Et.	42,3	0,63	0,67

La capacidad de carga relativa (26),

$$c = \frac{V_G (1+k)}{\sqrt{N}} \times 1.000$$

V_G : Volumen fase gaseosa
 k : Factor de capacidad
 N : Número de platos teóricos

es notablemente superior en las columnas microrrellenas; esto mismo se ha confirmado considerando la capacidad de carga absoluta medida como distorsión frontal del pico cromatográfico. La capacidad de carga relativa por metro de columna es en una columna microrrellena entre 1,5-3,5 veces la existente en una columna capilar de elevado espesor y la relación media para los dos tipos de columnas aumenta con el número de átomos de carbono de una serie homóloga según se muestra en la figura 2.

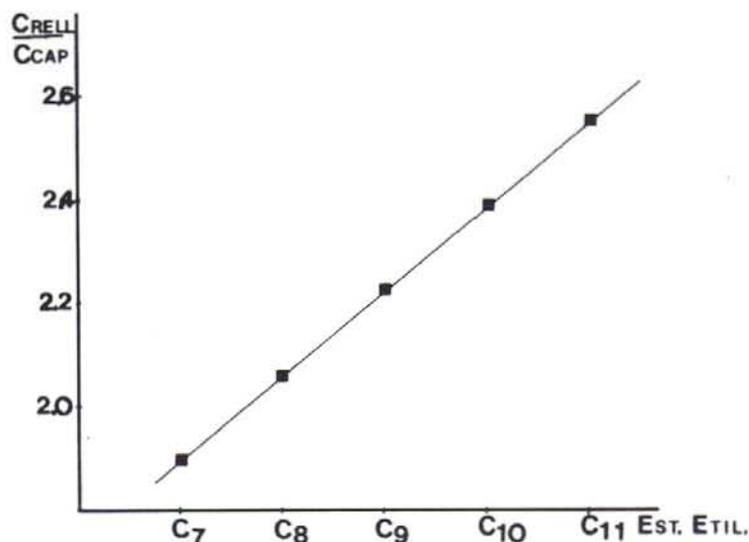


Fig. 2. Relación media de las capacidades de carga relativas en las columnas microrrellenas y capilares abiertas con elevado espesor de película de fase en solutos de la serie homóloga de ésteres etílicos.

En la tabla 2 se recogen los intervalos de los valores de la eficacia específica, resolución, tiempo de análisis y capacidad de carga relativa para dos solutos de la serie homóloga estudiada. En todos los casos, las columnas microrrellenas presentan más ventajas salvo en el tiempo de análisis para solutos más retenidos; inconveniente que se puede eliminar optimizando convenientemente la temperatura de análisis. No obstante, hay que señalar que la eficacia absoluta que puede conseguirse en columnas capilares abiertas con elevado espesor de película de fase puede ser mayor que la conseguida en columnas microrrellenas, al poderlas construir de gran longitud sin problemas de permeabilidad. Longitudes grandes de columna determinan mayor capacidad de carga total y un aumento importante del tiempo de análisis.

Tabla 2. Intervalos de los valores de la eficacia, resolución, tiempo de análisis y capacidad de carga relativa en las columnas microrrellenas y capilares abiertas con elevado espesor de película de fase. Solutos: heptanoato de etilo y undecanoato de etilo.

		<i>Microrrellena</i>	<i>C. Abierta</i>	<i>Favorecida</i>
<i>Heptanoato de etilo</i>	<i>Eficacia específica (N/m)</i>	1400-1730	400-960	<i>Microrrellena</i>
	<i>Resolución por metro ($\alpha=1,05$)</i>	0,30-0,39	0,20-0,25	<i>Microrrellena</i>
	<i>Tiempo análisis por metro (min)</i>	0,57-1,45	0,40-1,77	—
	<i>Capacidad de carga relativa por metro</i>	20-35	7-23	<i>Microrrellena</i>
<i>Undecanoato de etilo</i>	<i>Eficacia específica (N/m)</i>	1600-2170	1260-1900	<i>Microrrellena</i>
	<i>Resolución por metro ($\alpha=1,05$)</i>	0,46-0,54	0,41-0,49	<i>Microrrellena</i>
	<i>Tiempo análisis por metro (min)</i>	3-9	1,6-5,84	<i>C. Abierta</i>
	<i>Capacidad de carga relativa por metro</i>	112-259	32-112	<i>Microrrellena</i>

CONSIDERACIONES FINALES

Las columnas microrrellenas poseen mayores eficacias específicas y por tanto son necesarias menores longitudes de columna, con tiempos de análisis inferiores para una determinada resolución, proporcionan capacidades de carga superiores y mejores resultados en el análisis de compuestos muy volátiles. Longitudes grandes en columnas capilares abiertas con elevado espesor de película nos acercan a una columna microrrellena, pero en detrimento del tiempo de análisis. El aumento del espesor de película de fase en las columnas capilares abiertas conlleva mayor capacidad de carga pero disminuye fuertemente la eficacia de la columna. Esta circunstancia ha llevado a algunos autores a desaconsejar los espesores altos (27, 28). En columnas microrrellenas, el porcentaje de impregnación teórico habrá de ser en torno al 4%, y diámetros internos pequeños (0,5-0,6 mm) se emplearán para análisis rápidos debido a que estas columnas no se pueden construir con longitudes superiores a 5 ó 6 metros.

En conclusión las columnas microrrellenas son capaces de realizar el tipo de análisis para el que han sido diseñadas las columnas capilares abiertas con elevado espesor de

película de fase y en muchos casos aportan mejores resultados que éstas. Hay que tener en cuenta, además, que en las columnas microrrellenas no existe limitación alguna en cuanto a las fases estacionarias que pueden impregnarse —incluso fases mixtas—, mientras que en la actualidad son pocas las fases que pueden depositarse en columnas capilares con elevado espesor.

BIBLIOGRAFIA

- (1) Ettre, L.S. and Purcell, J.E. in "Advances in Chromatography" by J.C. Giddings and R.A. Keller. Ed. Marcel Dekker inc. New York. Vol. 10, pag. 2 (1974).
- (2) Dandeneau, R. and Zerener E. HRC & CC 2251 (1979).
- (3) Schomburg, G., Husmann, H., Podmaniczky, L., Weeke, F. and Rapp, A., "Analysis of Volatiles". Ed. P. Schreier 1984. Walter de Gruyter & Co. Berlin New York. Pag. 121.
- (4) Versini, G., Inama, S., Sartori, G., Vini d'Italia 133 (1981) 189-211.
- (5) Verzele, M., HRC & CC 5 685 (1982).
- (6) Cabezudo, M.D., Polo, M.C., Herráiz, M., Reglero, G., González-Raurich, M., Cáceres, I. and Martín-Alvarez, P. in "The Shelf life of Foods and Beverages". Ed. G. Charalambous 1986. Pag. 186. Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam.
- (7) Grob, K. and Grob, G., HRC & CC 2 109 (1981).
- (8) Purcell, J.E., Chromatographia 15 546 (1982).
- (9) Ettre, L.S. and Di Cesare, J.L., International Laboratory. Junio 1984, 44-49.
- (10) Bayer, F. and Liu, G.H., J. Chromatogr. 256 201 (1983).
- (11) Grob, K. (Jr) and Neukom, H.P., J. Chromatogr. 198 (1980) 68.
- (12) Ettre, L.S., Chromatographia 17 553 (1983).
- (13) Grob, K. and Grob, G., HRC & CC 6 133 (1983).
- (14) Johansen, N.C., Ettre, L.S. and Miller R., J. Chromatogr. 256 (1983) 393.
- (15) Jennings, G.W. in "Methods Chromatographic Comparison of Fused Silica and other Glass columns in Gas Chromatography". Eds: W. Bertsch, W.G. Jennings and R.E. Kaiser. Dr. Alfred Hüthig Verlag Heidelberg Basel New York.
- (16) Ettre, L.S. HRC & CC 8 (1985) 497-503.
- (17) Herráiz, T., Reglero, G., Herráiz, M., Alonso, R. and Cabezudo, M.D., J. Chromatogr. (1986). (En prensa).
- (18) Halasz, I. and Heine, E., Anal. Chem. 37 495 (1965).
- (19) Reglero, G., Herráiz, M., Cabezudo, M.D., García-Domínguez, J.A. and Fernández-Sánchez, E., J. Chromatogr. 384 363 (1985).
- (20) Ripphan, J. und Krebs, K.F., Kontakte 3 (1977) 3.
- (21) Reglero, G., Tesis Doctoral. Universidad Autónoma de Madrid (1985).
- (22) Reglero, G., Herráiz, T., Herráiz, M. and Cabezudo, M.D., Chromatographia (1986). (En prensa).
- (23) González-Raurich, M., Reglero, G. y Cabezudo, M.D., Alimentación Equipos y Tecnología. Nov.-Dic. (1985).
- (24) Sanz, J., Reglero, G., Cabezudo, M.D. and Martínez-Castro, I., Anal. Chim. Acta (1986). (En prensa).
- (25) Benedck, P., Jozsa, L. and Ettre, L.S., Chromatographia 18, 7 (1984) 367.
- (26) Ettre, L.S., Chromatographia 18 (1984) 477.
- (27) Schomburg, G., in "GasChromatographie in (Glass-) Kapillarsäulen", ed. by the author, Mannheim GFR (1981) pag. 11.
- (28) Jennings, W., in "Gas Chromatography with Glass Capillary Columns" 2nd edition. Academic Press New York (1980), pp 34, 181.

aspectos principales en la optimización de los parámetros operacionales de la técnica AGCC.

J.I. Gómez Belinchón

*Departamento de Química Ambiental. Centro de Investigación y Desarrollo (C.S.I.C.).
Jorge Girona Salgado, 18-26 - 08034 Barcelona.*

La técnica de arrastre gaseoso y adsorción sobre microfiltro de carbón activo en circuito cerrado (AGCC), desarrollada por Grob en 1973 (1), es un método muy conveniente para la concentración de compuestos orgánicos en agua a nivel de trazas (ng/L). El análisis de los extractos se realiza por Cromatografía de Gases (CG) con columnas capilares abiertas de elevada capacidad de carga y fase inmobilizada y, posteriormente, por acoplamiento Cromatografía de Gases-Espectrometría de Masas (CG-EM).

En la figura 1, se presenta un esquema del sistema operativo. De acuerdo con éste, la muestra de agua colocada en botellas Pyrex de uno o dos litros y color topacio, está inmersa en un baño termostático. El circuito cerrado está constituido por una bomba, con juntas de acero inoxidable y un porta-filtros de vidrio unido al resto del circuito por medio de juntas esféricas Rotulex. El porta-filtros contiene un microfiltro adsorbente constituido por 1,5-5 mg de carbón activo. El frasco Pyrex está dotado de espumador con placa porosa de porosidad fina. El aire del interior del circuito, impulsado por la bomba, entra en el recipiente, donde burbujea, los compuestos contenidos en la corriente de gas portador son adsorbidos en el microfiltro de carbón activo.

El método ha sido aplicado al análisis de aguas superficiales, al control de calidad de agua potable, al análisis de muestras marinas, etc. (3-6). En 1976, Grob (2) describió una serie de modificaciones técnicas del AGCC que permiten acondicionar el método al trabajo de rutina. Ahora bien, los aparatos para la utilización de esta técnica son de desarrollo relativamente reciente, siendo muy crítica la optimización de los parámetros operacionales para cada tipo de muestra. Es necesario adecuar las diferentes etapas del proceso en la finalidad de conseguir las mejores recuperaciones porcentuales, eficacias de extracción y determinaciones cuantitativas de los diversos compuestos objeto de estudio. Asimismo, cuando el sistema debe ser utilizado en estudios de vigilancia y control ambiental, que requieren el tratamiento de un gran número de muestras, también es necesaria la reducción del tiempo de análisis.

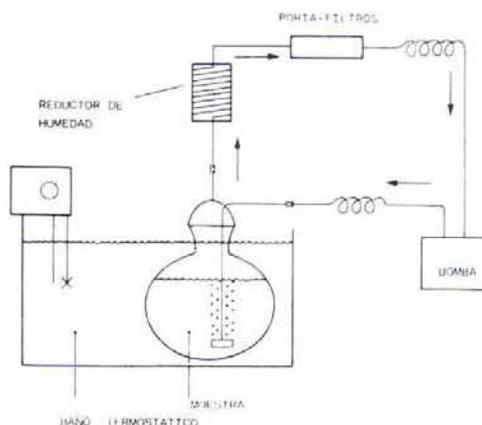


Figura 1.—Esquema de funcionamiento del CLSA.

El conocimiento y optimización de los parámetros operacionales del AGCC requiere el estudio de los siguientes factores:

- 1.—Elección del solvente de extracción de las sustancias concentradas en el microfiltro.
 - 2.—Establecimiento de la respuesta del detector de ionización de llama frente a las familias de compuestos analizados.
 - 3.—Determinación del rendimiento total del método a diversas temperaturas de la muestra de agua (30, 35, 45 y 55 °C) y para diversos tiempos de extracción (30-120 min).
- Todo ello con la finalidad de determinar el rendimiento del método de extracción en función del grado de volatilidad y de la naturaleza química de los compuestos mencionados anteriormente.

1.—Solvente

Tras las pruebas efectuadas, el mejor solvente de extracción ha sido el sulfuro de carbono (CS₂). La variación del volumen de elución (15, 20 y 30 µL) no implica ninguna mejora en la tasa de recuperación de los compuestos adsorbidos siempre y cuando no se aumente la cantidad de carbón del filtro, 1,5 mg.

2.—Factor de respuesta

La respuesta del detector de ionización de llama depende de la naturaleza química del compuesto identificado. Es homogénea para los cloroalcanos-100% (unidades arbitrarias, u.a.) y alcanos-134% (u.a.). Por el contrario, la respuesta de los hidrocarburos aromáticos clorados-68% (u.a.) disminuye con el grado de cloración de la molécula. Los bencenos alquilados presentan la mayor respuesta con 165% (u.a.), mientras que los naftalenos, igualmente alquilados, se encuentran en una situación intermedia-126% (u.a.).

3.—Evaluación de las condiciones operativas

Los rendimientos de extracción de compuestos orgánicos volátiles en agua están influidos por la eficacia de arrastre desde el agua, la de adsorción sobre el filtro, la de extracción del mismo y la subsiguiente transferencia al cromatógrafo de gases. Entre las variables que gobiernan el arrastre gaseoso, la temperatura del agua y el tiempo de duración del proceso son las más importantes. Algunos autores han investigado su influencia en la recuperación de sustancias relativamente pesadas (2, 9, 10) y existe un consenso generalizado en llevar a cabo el proceso a 30-35 °C y dos horas, aunque se han propuesto también tiempos del orden de las 24 horas (3). Sin embargo, arrastres prolongados presentan diversos inconvenientes. Por una parte, algunas sustancias de interés pueden ser biodegradadas y, por otra, son muy poco prácticos pues reducen el número de muestras que pueden tratarse diariamente.

La influencia de la temperatura del agua y el tiempo de arrastre en el rendimiento de extracción de una serie homóloga de 1-cloroalcanos se muestra en la tabla I. Se puede observar un significativo aumento en el rendimiento de extracción de compuestos con temperatura de ebullición superior a 250 °C cuando la temperatura del agua aumenta de 35 a 45 °C. A esta temperatura y tras dos horas de arrastre, se pueden obtener recuperaciones casi cuantitativas, con desviaciones típicas del orden del 10%.

Sin embargo, como se indica en la tabla I, compuestos con temperatura de ebullición del orden de los 260 °C, son igualmente recuperados con buen rendimiento tras 0,5 horas de arrastre gaseoso a 45 °C. Comparando las prestaciones obtenidas en las condiciones habituales del proceso (35 °C/2 horas) con las obtenidas por nosotros a 45 °C/0,5 horas, se observan mejores resultados con estas últimas, con la ventaja adicional de haber reducido el tiempo de análisis.

Tabla 1.—Recuperación de los compuestos de referencia a diversas condiciones de operación.

	2 horas			0,5 horas
	30 °C	35 °C	45 °C	45 °C
Alcanos	90 ± 14	93 ± 11	101 ± 11	100 ± 10
Alquilaromáticos	97 ± 7	94 ± 4	105 ± 8	101 ± 7
Clorobencenos	84 ± 11	84 ± 12	86 ± 7	92 ± 12
Naftalenos	45 ± 19	49 ± 11	46 ± 20	31 ± 17

Para ilustrar las aplicaciones de la técnica se presenta en la figura 3 un cromatograma de gases de un extracto procedente de agua del río Llobregat, que constituye un ejemplo característico de aguas contaminadas. La identificación se ha realizado por espectrometría de masas (CG-EM). La mayor parte de los componentes son hidrocarburos saturados hasta n-C20. La distribución está centrada en n-C14 y con un índice de preferencia de carbono cercano a la unidad, indicando una contaminación petrolígena clara (p.e. diesel ligero). La presencia de los hidrocarburos isoprenoides pristano (P) y fitano (F) en concentraciones similares es consistente con esta interpretación.

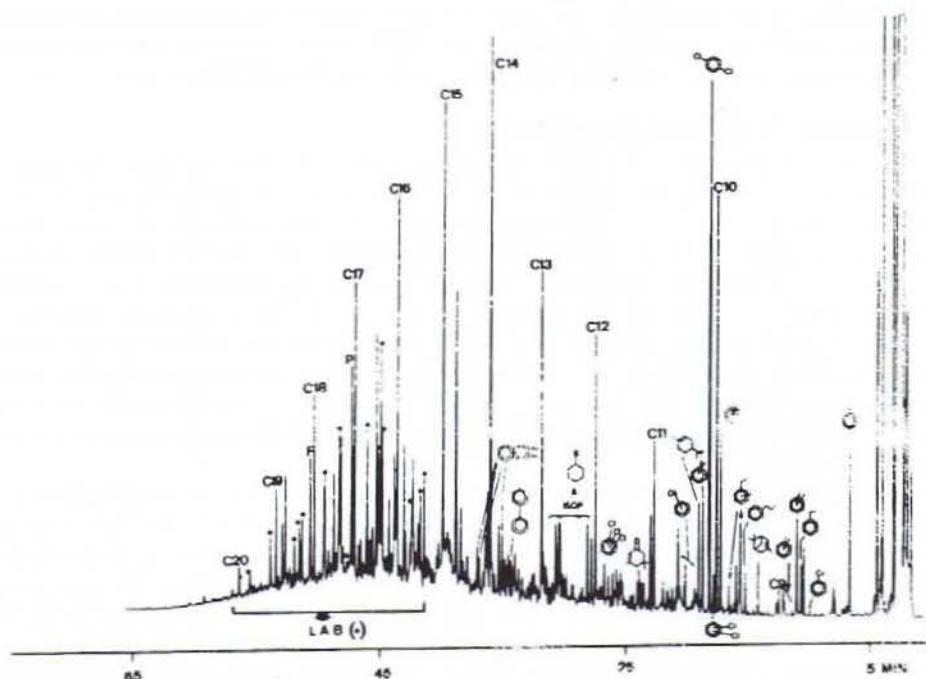


Figura 3.—Cromatograma de gases correspondiente a los compuestos orgánicos volátiles aislados por CLSA (45 °C/0,5 horas) de una muestra de agua tomada en abril de 1985 del río Llobregat.

También se encuentran clorobencenos (mono-tricloro), alquilbencenos lineales, naftalenos, etc. Esta variedad de sustancias antropogénicas presentes en las aguas de dicho río, resultantes de los aportes de un área densamente poblada e industrializada, causan problemas en la calidad del agua potable de la ciudad de Barcelona así como en la salubridad de sus aguas costeras. Ahora bien, entre la gama de compuestos xenobióticos aparecen, asimismo, sustancias de origen natural tales como el limoneno y pineno.

El ejemplo presentado confirma la utilidad de la técnica AGCC en el estudio de la contaminación de aguas superficiales (nivel cualitativo y cuantitativo) así como la validez de la optimización de los parámetros operacionales propuestos para estudios de vigilancia ambiental.

BIBLIOGRAFIA

- 1.—K. Grob, *J. Chromatog.*, **84**, 255 (1973).
- 2.—K. Grob, F. Zürcher, *J. Chromatog.*, **117**, 285 (1976).
- 3.—K. Grob, G. Grob, *J. Chromatog.*, **90**, 303 (1974).
- 4.—W. Giger, E. Molnar-Kubica, S. Wakeham in *Aquatic Pollutants. Transformation and Biological Effects* (Eds. O. Hutzinger, L.H. Van Lelyveld, B.C.J. Zoeteman), pp. 101-123. Pergamon Press, 1977.
- 5.—P.M. Gschwend, O.C. Zafiriou, R.F. Mantoura, R.P. Schwarzenbach, R.B. Gagosian, *Environ. Sci. Technol.*, **16**, 31 (1982).
- 6.—R.P. Schwarzenbach, W. Giger, Ch. Schaffner, O. Wanner, *Environ. Sci. Technol.*, **19**, 322 (1985).
- 7.—L. Blomberg, J. Buijten, K. Markides, T. Wännman, *J. Chromatog.*, **239**, 51 (1982).
- 8.—K. Grob, G. Grob, W. Walther, *J. Chromatog.*, **244**, 197 (1982).
- 9.—M. Marchand, J. Cl. Caprais, *Analysis*, **11**, 216 (1983).
- 10.—W.E. Coleman, J.W. Munch, R.W. Slater, R.G. Melton, F.C. Kopfler, *Environ. Sci. Technol.*, **17**, 571 (1983).

K CROMATOGRAFIA con K de KONIK



KNK-3000 HRGC
Cromatógrafo de Gases

Sistema de Datos
basado en IBM, PC



Conseguir el más alto nivel en Cromatografía no es obra de la casualidad; 10 años de investigación, especialización, dedicación exclusiva, y la consideración de nuestros clientes en 42 países, lo han hecho posible.

La perfecta respuesta a sus necesidades cromatográficas.
¡Conózcanos mejor!



KNK-500 HPLC
Cromatógrafo de Líquidos

KONIK INSTRUMENTS, S.A.
Especialistas en cromatografía y técnicas afines
Specialists in chromatography and ancillary techniques

BARCELONA: Ctra. Cardanyola, 65-67 - Apdo. 136 Sant Cugat del Valles
Tel. (93) 674 32 50 - Tlx. 59199
MADRID: Rosado Pino, 18 - 28020 Madrid - Tel. (91) 279 44 44/270 44 88
VALENCIA: Avda del Puerto, 79, pta. 12 - 46031 Valencia - Tel. (96) 362 20 04

KONIK - KROMXPEK

Ctra. Cerdanyola, 65 - 67
Tel. (93) 674 32 50
08204 SANT CUGAT DEL VALLES (Barcelona)

Grupo
COMPAÑIA DE INSTRUMENTACION CIENTIFICA Y MEDICA, S.A.

KONIK
INSTRUMENTS, S.A.

La especialización a su servicio

K
LA CROMATOLOGRAFIA
CON K DE KONIK,
NATURALMENTE



KNK-3000 HRGC
Cromatógrafo de Gases

Sistema de datos

KNK-500 HPLC
Cromatógrafo de Líquidos

KONIXBERT
S.A.
ALTAS TECNOLOGIAS

**ANALITICA INSTRUMENTAL, BIOTECNOLOGIA, CIENCIAS DE MATERIALES,
FERMENTACION, MICROELECTRONICA, ALTO VACIO**



VG INSTRUMENTS plc



Edwards High Vacuum



ION TECH LTD.

Distribuidores exclusivos.

KROMXPEK
ANALITICA, S.A.



Catalogo 1987-8

**GRUPO I
ACCESORIOS
PARA TECNICAS ANALITICAS INSTRUMENTALES**

- Cromatografía de gases, HPLC, CAPA FINA.
- Espectroscopia UV/VIS, Infrarrojos, Absorción atómica, RMN, EPR. Masas.

**GRUPO II
PRODUCTOS QUIMICOS Y BIOQUIMICOS**

**GRUPO III
APARATOS AUXILIARES
PARA EL LABORATORIO ANALITICO**

Delegaciones: **MADRID:** Rosario Pino, 18 - 28020 MADRID. Tel. (91) 279 44 44
VALENCIA: Av. del Puerto, 79 puerta 12 - 46021 VALENCIA. (96) 362 26 04

informaciones

REUNION ANUAL DEL GCTA

Los pasados días 22 y 23 de septiembre tuvo lugar, en la Facultad de Farmacia de Santiago de Compostela, la Reunión Anual del Grupo en el marco de la XXI Reunión Bienal de la Real Sociedad Española de Química.

Se celebraron dos conferencias plenarias: la primera de ellas, a cargo del doctor don J.A. García Domínguez, del Instituto de Química Física "Rocasolano", con el título "Fases estacionarias mixtas en cromatografía de gases"; la segunda, titulada "Recent advances in Ion Chromatography", fue impartida por el profesor F. Smith, de Millipore (Francia).

Se presentaron 44 comunicaciones, la mitad de ellas en forma oral y el resto en carteles.

* * *

ASAMBLEA ANUAL DEL GCTA

Con fecha 23 de septiembre se celebró en Santiago de Compostela la preceptiva Asamblea Anual del Grupo. Entre los puntos a destacar figura, en primer lugar, el informe económico presentado por el tesorero, que mostró una situación muy satisfactoria. En segundo lugar, se debe reseñar un importante debate sobre la presentación de comunicaciones en forma de cartel. La mayoría de los asistentes se mostraron partidarios de favorecer esta forma de presentación de comunicaciones, restringiendo las orales y favoreciendo el coloquio de tipo general. Se propuso hacer un ensayo en este sentido en la próxima reunión.

El tercer y más importante punto a tratar fue la renovación de la mitad de la Junta Directiva: un vicepresidente, el tesorero y tres vocales. Como resultado de la votación resultaron elegidos los siguientes candidatos:

- Vicepresidente: Emilio Gelpí Monteys.
- Tesorero: Elena Fernández Sánchez.
- Vocales: Luis Comellas Riera, María Teresa Galcerán y Joan Grimalt Obrador.

A todos ellos nuestra más cordial felicitación.

* * *

próxima revisión anual

La Reunión Científica Anual, correspondiente a 1987, se celebrará formando parte de las IV Jornadas de Análisis Instrumental, que tendrán lugar en Barcelona en el mes de noviembre, dentro del marco de EXPOQUIMIA.

En el próximo número del Boletín aparecerá información más detallada.

* * *

GRUPO LOCAL DE MADRID

El día 18 del pasado mes de septiembre, y en el salón de actos de la Secretaría de Estado de Universidades e Investigación, tuvo lugar una mesa redonda, organizada por el grupo local del GCTA y la Sección Técnica de Química Farmacéutica de la ANQUE, sobre "Cromatografía de iones", con el siguiente temario:

"Comparación de la cromatografía iónica con otras técnicas de análisis de aniones y cationes", por don Antonio Doadrio (Facultad de Farmacia, Universidad Complutense).

"Nuevas tendencias en cromatografía iónica", por don Tomás Batueca (JEN).

"Aplicaciones", por doña María Luisa Marina Alegre (Universidad de Alcalá).

* * *

GRUPO LOCAL DE BARCELONA

El GCTA de Barcelona ha programado un ciclo de mesas redondas, que, con el título general "Análisis cromatográfico. Problemas y aplicaciones", se desarrollará en los próximos meses.

Los primeros temas y sus coordinadores se citan a continuación:

30 de enero 1987

Análisis de fármacos en fluidos biológicos. Coordinador: Lluís Comellas. Tel. 203 89 00. Instituto Químico de Sarrià (17 horas).

27 de marzo

Tratamiento de datos en cromatografía. Aspectos cualitativos y cuantitativos. Coordinadora: Maite Galcerán. 330 88 51. Facultad de Química. Universidad de Barcelona (17 horas).

29 de mayo

Espectrometría de masas, ¿técnica analítica de rutina? Coordinador: Joan Grimalt. 204 06 00. Ext. 245. Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC). Jorge Girona Salgado, 18. (17 horas).

* * *

calendario de actividades

9-13 de marzo 1987

38 Conferencia de Pittsburg sobre Química Analítica (Atlantic City, USA). Información: Mrs. Alma Johnson, Program Secretary, 12 Federal Drive, Suite 322, Pittsburg, PA 15235, USA.

27 abril - 1 mayo

9.º Simposio Australiano sobre Química Analítica (Sydney). Información: The Secretary 9AC, Mr. John Eames, P.O. Box 137, North Ryde, N.S.W. 2133 Australia.

28 junio - 4 julio

11.º Simposio Internacional sobre HPLC (Amsterdam). Información: Organisatie Bureau Amsterdam bv, Europlaplein, 1078GZ Amsterdam, Holanda.

17-21 agosto

7.º Simposio Internacional sobre Cromatografía de Afinidad (Oberammergau). Información: Prof. Dr. H.P. Jennissen, Institut für Physiologie, Physiologische Chemie und Ernährung physiologie Universität München, Veterinarstr. 13, D-8000 München 22, RFA.

* * *

otras informaciones

Con motivo de la celebración de su décimo aniversario, Konik ha constituido el citado premio, cuyas bases serán divulgadas ampliamente en fecha próxima, junto al jurado del mismo. Para solicitar las bases rogamos contacten con nuestra oficina de Madrid (91) 279 44 44 (Srta. Marisol) o Barcelona (93) 674 32 50 (Srta. Mariela). El premio será fallado durante la próxima celebración de Expoquimia (noviembre de 1987).

La combinación perfecta en HPLC para

Optimización de métodos
L-3000 Photo Diode Array

Tratamiento de datos
D-2000 Chromato-Integrator



- Memorización de espectros
- Control de pureza (Ratio)
- Longitud de onda programable y "Scans"
- Control parámetros de trabajo vía LCD
- Facilidad de manejo
- Diálogo vía pantalla LCD
- Comunicación con unidades periféricas
- Memoria protegida
- Detección bicanal
- Coste reducido
- Diálogo vía pantalla LCD
- Almacenamiento de hasta 10 métodos
- Gran capacidad de memoria: 160 Kbyte
- Reintegración de hasta 250 cromatogramas
- Óptima presentación de los resultados
- Calibración a varios niveles
- Uno/dos canales
- Visualización de la línea de base
- Inclusión de comentarios

MERCK
IGODA, S.A.

Barcelona: Avda. Diagonal, 499
Teléf.: 230 87 04/05
Madrid: Gral. Martínez Campos, 41-3.º
Teléf.: 410 34 48 - 410 35 32

El pasado mes de junio se fallaron los premios Hewlett-Packard 1986 de Cromatografía de Gases, Cromatografía de Líquidos y Espectrometría de Masas. A continuación se relacionan los ganadores.

Cromatografía de gases: el primer premio, dotado con 200.000 pesetas, correspondió al estudio titulado:

"Utilización de un microrreactor de hidróxido potásico acoplado a un GC con columnas capilares y ECD en el análisis de pesticidas organoclorados", firmado por los doctores Francisco Broto, M. Zapata Niño, L. Comellas Riera y M. Gassiot Matas, del Instituto Químico de Sarriá, Barcelona.

El segundo premio, consistente en diploma acreditativo, fue otorgado al estudio titulado:

"Análisis de grasas y aceites por cromatografía de gases con columnas capilares", firmado por los doctores F. Centrich Escarpenter, J. Solanich Brunet y M. Centrich Sureda, del Servicio de Bioquímica y Bromatología, Laboratorio Municipal de Barcelona.

Cromatografía de líquidos: el primer premio, dotado también con 200.000 pesetas, correspondió al estudio:

"Metabolitos de ácidos grasos poliinsaturados en tejidos vegetales: cuantificación por HPLC", firmado por los doctores J.M. Olías y J.J. Ríos, del Instituto de la Grasa y sus Derivados, CSIC, Sevilla.

El segundo premio, consistente en diploma acreditativo, fue otorgado "ex-aequo" a los estudios titulados:

"Valoración de una resina de cannabis mediante los índices THC/CB", firmado por los doctores T. Tena y J.M. Rodríguez, del Instituto Nacional de Toxicología, Madrid.

"La cromatografía líquida de alta eficacia en fase reversa y los estudios cuantitativos de estructura-actividad", firmado por el doctor A. Díaz Marot, del Instituto Químico de Sarriá, Barcelona.

"La cromatografía de par iónico en la analítica de fármacos", firmado por el doctor J.M. González, de Laboratorio Menarini, Barcelona.

"Determinación de etamivan por HPLC", firmado por los doctores D. Carreras, C. Rodríguez, A.F. Rodríguez, C. Soriano, M.C. Patón, del Laboratorio de Investigación Bioquímica y Control del Doping, Consejo Superior de Deportes, Madrid.

Espectrometría de masas: el primer premio, igualmente dotado, fue adjudicado al estudio:

"Correlación geoquímica de los yacimientos petrolíferos de la cuenca de Tarragona mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas", firmado por los doctores J. Grimalt y J. Albaigés, del Departamento de Química Ambiental (CID), CSIC, Barcelona.

El segundo premio, consistente en diploma acreditativo, fue otorgado "ex-aequo" a los estudios titulados:

"Aplicaciones de la LC/MS en neurociencias y biomedicina", firmado por los doctores F. Artigas, J. Abián y E. Gelpí, del Departamento de Neuroquímica, Centro de Investigación y Desarrollo, CSIC, Barcelona.

"Confirmación de xantinas por espectrometría de masas", firmado por los doctores A.F. Rodríguez, C. Rodríguez, D. Carreras, C. Soriano y M.C. Patón, del Laboratorio de Investigación Bioquímica y Control del Doping, Consejo Superior de Deportes, Madrid.

"Determinación de compuestos policíclicos aromáticos generados por la combustión de madera de pino mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas", firmado por el doctor López-Ruiz, del Centro de Edafología y Biología Aplicada del Cuarto, Sevilla.

A todos ellos nuestra más cordial felicitación.

HPLC

¡CAPTURE ESTA IDEA!

Imagínese un sistema que:

- Trabaje en cualquier tipo de cromatografía líquida, desde preparativa a rápida, ultrarrápida y microbore.
- Sea capaz de realizar gradientes en alta y baja presión sin pérdida de rendimiento.
- Realice cualquier perfil de gradiente por complejo que éste sea.
- Reuniendo las ventajas de la modularidad, pueda ser totalmente automatizado con control total del sistema, autoinyector e incluso colector de fracciones.
- Obtenga información espectral cada 0,2 seg. de lo que eluye por la célula del detector.
- Pueda ser conectado a un IBM para tratamiento y manipulación de los datos cromatográficos, así como para la realización del análisis cuantitativo.
- Sea biocompatible o inerte.

¡L.K.B. debe ser su próximo sistema de HPLC!

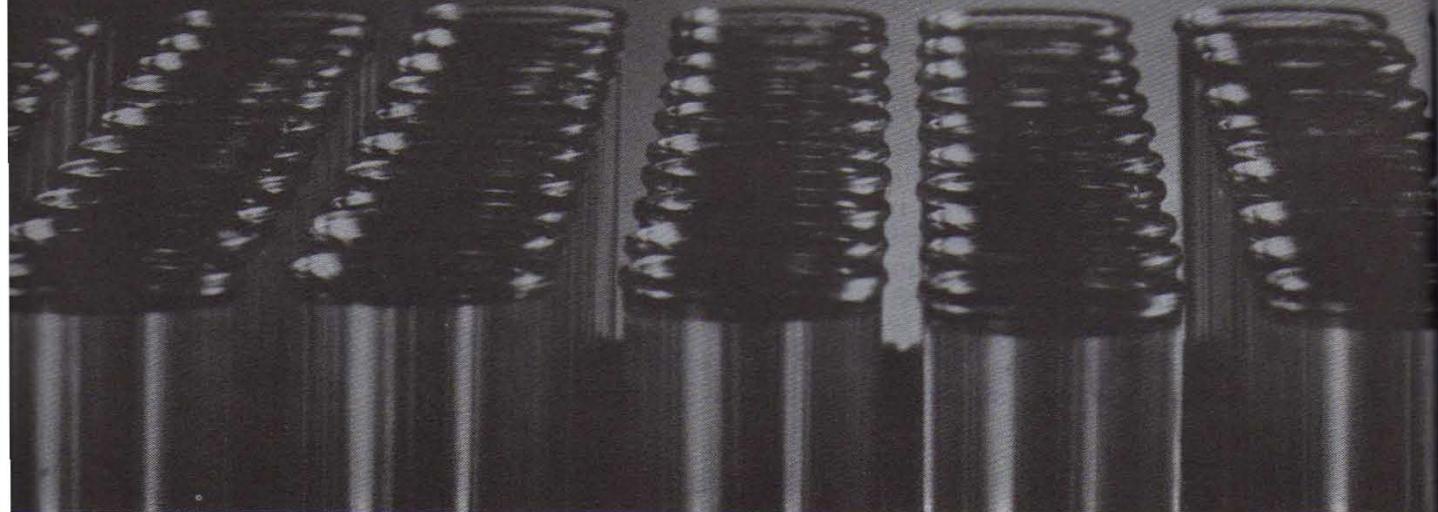
LKB

IZASA

TECNOLOGIA Y SERVICIO

Madrid Tel.: 91/734 61 14

Barcelona Tel.: 93/254 81 00



delegaciones en: Bilbao, Gijón, Granada, Las Palmas de Gran Canaria, Málaga, Murcia, Palma de Mallorca, Salamanca, Santa Cruz de Tenerife, Santander, Santiago de Compostela, Sevilla, Valencia, Valladolid, Zaragoza.

algunas publicaciones de miembros del GCTA

Con objeto de facilitar el intercambio de información, que constituye uno de los fines del Grupo, el Boletín ofrece las referencias bibliográficas correspondientes a algunas publicaciones de varios de los socios.

Para que esta sección llegue a ser realmente interesante, es deseable que se nos envíen separatas de las publicaciones, o al menos la referencia completa, ya que de otro modo es muy posible que no lleguemos a conocerla, y por lo tanto, no aparezca reseñada.

Para solicitar información respecto a los trabajos que a continuación se citan, se puede escribir a:

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (Boletín).

Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid.

"The footprints of life and man".

J. Albaigés, M. Aubert, J. Aubert, Western Mediterranean (Ed. R. Margalef), pág. 317-352, Pergamon Press (1985).

"N-alkane distribution in surface sediments from the Arabian Gulf".

J. Grimalt, J. Albaigés, H.T. Al-Salaad, A.A. A. Douabul. Naturwissenschaften, 72, 5 (1985).

"Petroleum isoprenoid hydrocarbons derived from catagenetic degradation of archaeobacterial lipids".

J. Albaigés, J. Borbón, W. Walker II, Org. Geochem. 8, 293 (1985).

"Sterol composition of Mesidothea Eutomon L. (Isopoda, Crustacea)".

A. Jarzebski, L. Falkowski, J. Kuswierz, J. Szafranek, J. Albaigés. Comp. Biochem. Physiol., 81B, 733 (1985).

"Selective aerobic degradation of methyl-substituted polycyclic aromatic hydrocarbons in petroleum by pure microbial cultures".

J.M. Bayona, J. Albaigés, A.M. Solanas, R. Parés, P. Garrigues, M. Ewald. Int. J. Environm. Anal. Chem. 23, 289 (1986).

"A comparison of vaporizing injectors for trace analysis in capillary gas chromatography".

J.M. Bayona, X. Aparicio, J. Albaigés. J. High Resol. Chromatogr. & Chromatogr. Commun., 9, 59 (1986).

"Complete automatization of peptide maps by reversed-phase liquid chromatography using o-phthalaldehyde pre-column derivatization".

E. Méndez, R. Matas, F. Soriano. J. Chromatogr., 323, 373 (1985).

"G.C. behaviour of several Glycidic esters. Influence of column temperature".

A. García Raso, J. Riego. J. Chromatogr. 360, 231 (1985).

"GC determination of adsorption terms on Chromosorb 102 coated with squalane and Fractonitril VI".

D. Barceló, M.T. Galcerán, L. Eek, Chromatographia 21 (1986).

"Potential formation of bromophenols in Barcelona tap's water due to daily salt mine discharges and occasional phenol spills".

F. Ventura, J. Rivera. *Bull. Environm. Contam. Toxicol.*, 36, 219 (1986).

"Determination of skatole and indole in back fat of pigs by HPLC".

J.A. García Regueiro, M. Hortós, C. Arnán, J.M. Monfort. *J. High Resol. Chromatogr. & Chromatogr. Commun.* 9, 362 (1986).

"Differences in polyols content among fermentations of the same must with several yeasts".

G. Santa-María, A. Olano. *Biotechnol. Letters*, 7, 229 (1985).

"The use of lactulose in low-lactose yogurt".

A. Olano, S.J. López-Covarrubias, M. Ramos, J.A. Suárez *Biotechnol. Letters* 8, 451 (1986).

"Analysis of free carbohydrates in milk using micropacked columns".

A. Olano, M.M. Calvo, G. Reglero. *Chromatographia*, 21, 538 (1986).

"Modifications and interactions of lactose with mineral components of milk during heating processes".

I. Martínez Castro, A. Olano, N. Corzo. *Food Chemistry*, 21, 211 (1986).

"Quantitative Mass Spectrometry in the Biomedical Sciences".

Gelpí, E. *Advances in Mass Spectrometry* 1985. J.F.J. Todd (editor). John Wiley & Sons Ltd. (1986) pp. 397-415.

"Mass Spectrometric Study of 6-Keto Prostaglandin F₁ by Mixed Derivative Group Labelling".

Roselló J., Gelpí, E., Bretón J.C., Rigaud, M. *Advances in Mass Spectrometry* 1985. J.F.J. Todd (editor). John Wiley & Sons Ltd. (1986) pp. 1253-1254.

"Mass Spectrometric Studies on the Lipoxigenase Metabolism in *Drosophila Melanogaster* Extracts".

Pagés, M., Roselló, J. Sánchez, D., Rigaud, M., Gelpí, E. *Advances in Mass Spectrometry* 1985. J.F.J. Todd (editor). John Wiley & Sons Ltd. (1986) pp. 1251-1252.

"Determination by HPLC-RIA of immunoreactive Prostaglandin E₂ en *Blattella Germanica* and *Gryllus Bimaculatus*".

Casas, J., Roselló, J., Gelpí, E., Camps, F., Baldellou, M., Bellés, J. Messeguer, A., Piulachs, M.D., *Rev. Esp. Fisiol.* 42, (1986).

"By-product Identification in the Carbodiimide Assisted Synthesis of Fatty Acid Anilides Related to Spanish Toxic Oil Syndrome".

Freixa, R., Casas, J., Messeguer, A., Roselló, J., Gelpí, E., *J. Agric. Food. Chem.*, 34, 738 (1986).

"Determination of 2,3-Dinor-6-keto-PGF₁ in Urine Samples by High Performance Liquid Chromatography and Radioimmunoassay".

Casas, J., Roselló, J., Gelpí, E., Guarner, F., Guarner, C., Colina, I., Prieto, J., *J. Chromatogr. Biomed. Appl.*, **383**, 317 (1986).

"Quantitation of Total MHPG in the Rat Brain Using a New Enzymatic Hydrolysis Procedure. Effects of Drugs".

Artigas, F., Sarrías, M.J., Adell, A., Gelpí, E. *Life Sciences*, **39**, 1571 (1986).

"Efecto de la Administración crónica de zimelidina sobre el metabolismo aminérgico cerebral de ratas sometidas a estrés por inmovilización".

Adell, As., Gelpí, E. *Revista de Farmacología Clínica y Experimental*, **3**, 93 (1986).

"El análisis íntegro de los vinos: IV cromatografía de líquidos de alta eficacia".

I. Cáceres, F. Barahona, C. Polo. *Alimentación, Equipos y Tecnología*, mayo-junio, 141 (1986).

Las direcciones de los autores pueden encontrarse en el Anuario, publicado en el Boletín, vol. 6, núm. 2, de 1985.

humor, por Lopesánchez



—Salen por las noches. Creo que los llaman picos fantasmas.

Serie Vega 6.000

Cromatógrafo de gases

Para columnas empaquetadas y capilares Tipo WIDE BORE.
Con 25 años de experiencia.

La serie VEGA es una línea moderna de Cromatógrafos versátiles y económicos, suficientemente compactos para equipar cualquier laboratorio y suficientemente modular para cubrir todas las necesidades

□ El VEGA suministra amplia información de una sola mirada a través del display y utiliza el lenguaje del operador.

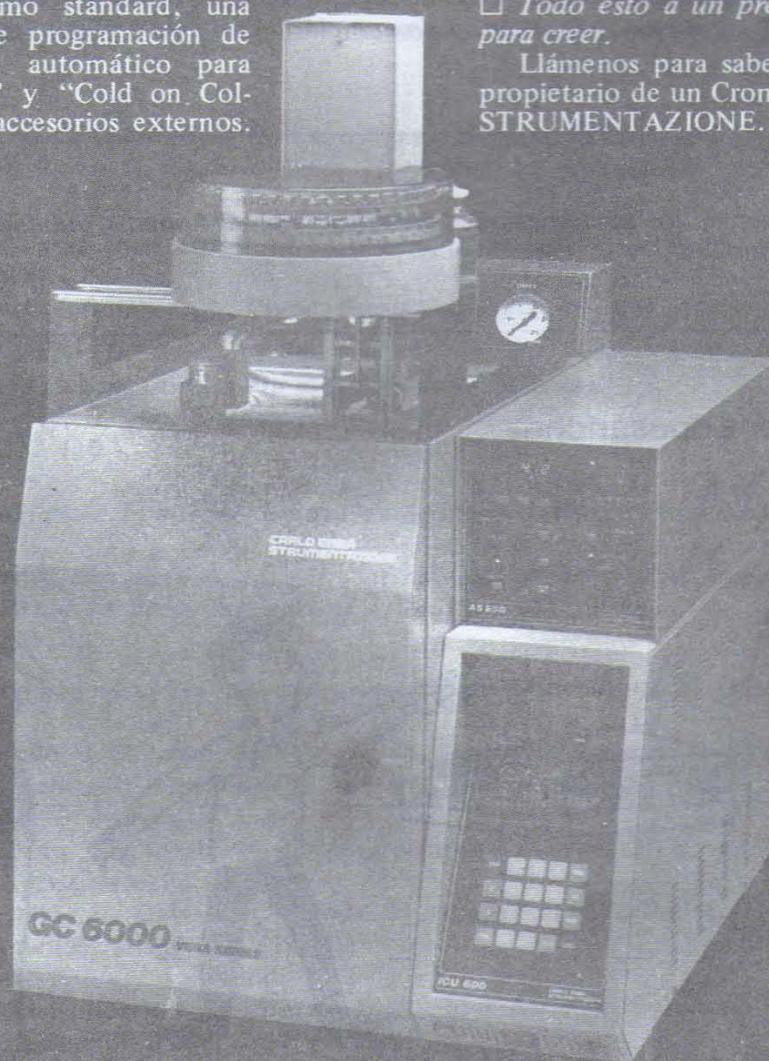
□ VEGA suministra además de todas las opciones esenciales como standard, una capacidad de doble programación de temperatura, control automático para inyectores "Splitless" y "Cold on Column" y control de accesorios externos.

□ VEGA incorpora dos interfases RS-232 para fácil comunicación entre instrumentos.

□ VEGA, utiliza los mismos inyectores, detectores, muestreadores y accesorios auxiliares que nuestro Cromatógrafo MEGA de alta resolución.

□ *Todo esto a un precio que se tiene que ver para creer.*

Llámenos para saber lo poco que cuesta ser propietario de un Cromatógrafo CARLO ERBA STRUMENTAZIONE.



EN ESPAÑA CON:

CES analítica, s.a.

Santa Engracia, 141, 1.º 1 - Tels. 234 51 96 - 234 56 12
Tlx 49338 CA E - 28003 MADRID
Providencia, 152 - Tels. (93) 214 54 69 - 210 02 53
08024 BARCELONA

CARLO ERBA
STRUMENTAZIONE

FARMITALIA CARLO ERBA SUBSIDIARY  MONTEISON GROUP

nuevos miembros del GCTA

Dña. Estela GIL-ALBERDI GONZALEZ
Instituto de Química Orgánica General,
C.S.I.C.
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

Dña. María Isabel FERNANDEZ GARCIA
Dirección Territorial de Sanidad y Consumo
(Laboratorio)
Plaza de España, 6
03010 ALICANTE

Dña. María Rosario ALONSO FERNANDEZ
Instituto de Fermentaciones Industriales,
C.S.I.C.
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

D. Jesús MANTECON IBAÑEZ
Perkin Elmer Hispania, S.A.
Avda. del Ejército, 11, 2.º dpto. 5
48014 BILBAO

D. Juan SOLE RIBALTA
Pobla de Lillet, 7
08028 BARCELONA

D. Eugenio REVILLA GARCIA
Dpto. Química Agrícola-F. de Químicas
Universidad Autónoma de Madrid
Canto Blanco
28049 MADRID

D. Tomás HERRAIZ TOMICO
Instituto de Fermentaciones Industriales,
C.S.I.C.
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

D. Joan-Carles AMOR AGUILERA
Farmhispania, S.A.
Avda. Primer de Maig, s/n
08160 MONTMELO (Barcelona)

D. Carles PASCUAL RUIZ
Farmhispania, S.A.
Avda. Primer de Maig, s/n
08160 MONTMELO (Barcelona)

Dña. María Dolors PADRO ROCA
Colomer Investigación y Desarrollo
St. Francesc, 1
08500 VIC (Barcelona)

D. Luis Javier RODRIGUEZ BARRON
Instituto de Fermentaciones Industriales,
C.S.I.C.
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

D. Angel CUBEDO FDEZ.-TRAPIELLA
Neutral
Cobalto, s/n. Polígono Industrial Sur
28770 COLMENAR VIEJO (Madrid)

D. Juan CLARAMUNT CAMPAÑA
Laboratorios Almirall
Cardoner, 68-70
08024 BARCELONA

Dña. María Jesús ARIN ABAD
Dpto. Bioquímica, Cátedra de Química
Facultad de Veterinaria
"Campus de Vegazana"
24071 LEON

Dña. María Teresa DIEZ CABALLERO
Dpto. Bioquímica, Cátedra de Química
Facultad de Ciencias Biológicas
"Campus de Vegazana"
24071 LEON

D. Raimon GUITART BAS
Dpto. Farmacología
Facultad de Veterinaria
Universidad Autónoma de Barcelona
08193 BELLATERRA (Barcelona)

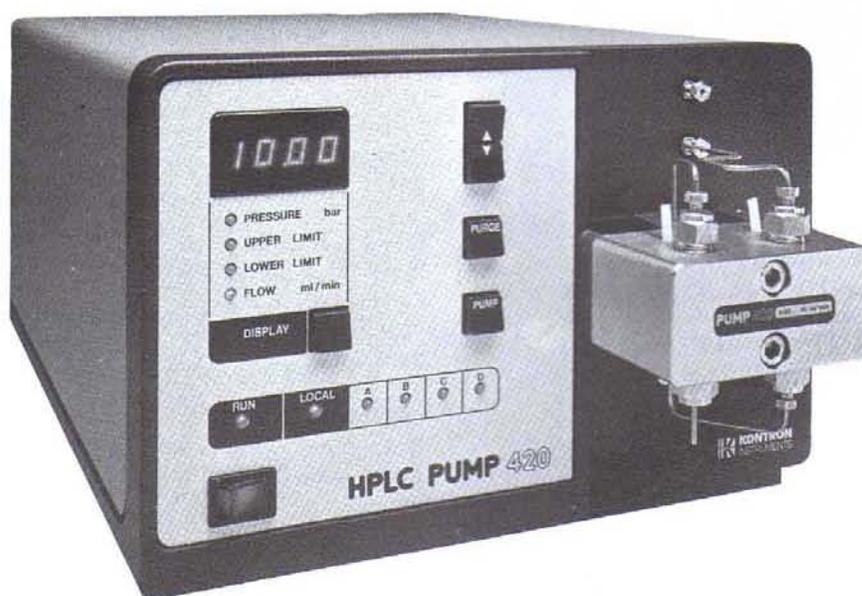
D. Julio G. PRIETO FERNANDEZ
Cátedra de Fisiología Animal
Facultad de Biología
"Campus de Vegazana"
24071 LEON

D. Antonio L. CREGO NAVAZO
Instituto de Química Orgánica General,
C.S.I.C.
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID



BOMBA MODELO 420 MARCA "KONTRON"

LA PRIMERA BOMBA PARA CROMATOGRAFIA LIQUIDA EQUIPADA CON CABEZAL CERAMICO Y SISTEMA C.S.P.



- Sistema de Columna Shock Protección (C.S.P.) protege la columna contra los daños producidos por golpes de presión.
- Tres diferentes cabezales, que cubren el rango de 10 μ l. a 20 ml/min. con absoluta precisión en todo el rango de flujo.
- Operación hasta 600 bares.



OFICINAS CENTRALES:
Salvatierra, 4 - Tel.: 91/729 11 55
Télex: 23 382 KONT E - 28034 MADRID

OFICINAS EN ESPAÑA:
BARCELONA: 93/330 77 13
VALENCIA: 96/362 51 10
BILBAO: 94/447 06 62
SANTIAGO: 981/59 73 68
OVIEDO: 985/24 43 43
ZARAGOZA: 976/38 87 09
SEVILLA: 954/66 36 94
LAS PALMAS: 928/37 32 00
GRANADA: 958/22 81 93

de nuestras empresas colaboradoras



Konik: progreso patente y reconocimiento internacional

En un reciente estudio de marketing realizado por una empresa internacional de reconocido prestigio ha sido evidenciado que Konik se encuentra entre la media docena de empresas que en la actualidad tienen una línea completa en cromatografía que incluye cromatógrafos de gases y de líquidos HPLC proyectada internacionalmente. Sin embargo, la especialización de Konik en cromatografía constituye un factor diferencial entre Konik y las otras empresas multinacionales también presentes en este sector de actividad. Mientras Konik es *sólo cromatografía*, las demás, son empresas identificadas fundamentalmente en alguna otra actividad (ej.: informática, espectrofotometría, instrumentos generales de laboratorio, electrónica de consumo...).

El elevado nivel de desarrollo tecnológico conseguido por Konik es reconocido internacionalmente. De hecho, Konik es citada en los artículos de revisión como uno de los más destacados fabricantes de equipamiento cromatográfico por las prestaciones de sus aparatos, circunstancia fácilmente constatable ojeando las tablas comparativas de especificaciones que contienen habitualmente estas publicaciones: H.M.Mc.Nair, Gas Chromatography Equipment -III* -J. Chromatog. Sci., Vol. 1, Dec. 83, 529-540 y H.M.Mc.Nair, Equipment for HPLC-VI* -J.Chromatog. Sci., Vol. 22, Dec. 84, 521-535.

Konik en cromatografía de gases: el modelo KNK-3000-HRGC

Idóneo para columnas capilares y detección selectiva, es ahora también ofrecido con Display Alfanumérico Inteligente e Interfase Bidireccional RS232C, que per-

miten enlazarlo directamente con los sistemas de tratamiento de datos basados en ordenadores tipo IBM-PC y compatibles.

Las características de este equipo le convierten en un cromatógrafo muy versátil y flexiblemente adaptable a cualquier tipo de análisis, compatible con todos los accesorios existentes, tanto para su uso en laboratorio/alta investigación como en control de procesos. Solicite nuestro catálogo, recientemente publicado con especificaciones.

Konik en cromatografía líquida HPLC

También el nuevo KNK-500-HPLC incorpora opcionalmente el Display Inteligente y la Interfase Bidireccional para enlazarlo directamente con los Sistemas de Registro y Tratamiento de Datos, del mismo modo que ocurre con el KNK-3000-HRGC. El KNK-500-HPLC con su sistema de Gradientes Cuaternarios y amplia gama de detectores, ha convertido a Konik en una de las primeras empresas en España, en ventas de Cromatografía Líquida. Konik ha instalado un elevado número de equipos en lo que va de año en industrias importantes (sector farmacéutico, alimentario, aguas...) y centros de la Administración.

La relación de referencias y el nuevo catálogo están también a disposición de aquellos clientes interesados.

El Konik/VG-TS en espectrometría de masas combinada (CG/HPLC)

El grupo VG-Instruments, PLC, representado por el grupo Konik ha lanzado recientemente un revolucionario espectrómetro de masas de campo magnético que sólo requiere calibración en el momento de su instalación y que, por lo tanto, trabaja habitualmente sin compuesto de referencia. El TS-250 aúna las ventajas de los equipos cuadrupolares (sencillez de manejo y alta velocidad de barrido) con resolución, masas exactas, sensibilidad, rango de masas y prestaciones de conjunto, de los superiores equipos de campo magnético a un precio sensiblemente similar.

El sistema combinado de cromatografía/espectrometría de masas Konik/VG TS-250 rompe por tanto una barrera tecnológica. El TS-250 incorpora como fuentes de introducción de muestras cromatógrafos de gases y de líquidos Konik.

Consideramos interesante divulgar que los primeros sistemas HPLC/Espectrometría de masas suministrados en España con interfase Termospray han sido instalados por nuestra firma en el Ministerio de Sanidad y Consumo (Laboratorio de Análisis y Control de Calidad de Barajas) y en la Universidad de Cádiz (Departamento de Química Analítica y Orgánica).

Calendario de actividades, cursillos/seminarios en cromatografía para 1987

Tenemos a disposición de nuestros clientes las actividades programadas para los próximos 12 meses. Rogamos soliciten información para preinscribirse. Hay preparados cursillos en toda España.

PERKIN-ELMER

Perkin-Elmer entra en el mercado de cromatografía de gases y espectrometría de masas con detector selectivo de masas Ion Trap Detector (ITD)

Perkin-Elmer añade a su línea de Cromatografía de Gases el nuevo detector de masas ITD. Este detector, a un precio excepcionalmente bajo, potenciará a todos los usuarios de Cromatografía de Gases Capilar. Este detector está controlado por un PC/IBM XT o AD para facilitar la adquisición e interpretación de resultados.

La GC/MS es la técnica ideal para la investigación y control de calidad. Este detector nos reemplaza a gran número de sistemas de detección convencional. Acoplado a un Cromatógrafo de Gases Capilar, nos complementa una técnica indispensable para el campo farmacéutico, biomédico, contaminación, polímeros y todo tipo de

análisis que requieran una identificación cualitativa y cuantitativa de los compuestos eluidos en un cromatógrafo. Las muestras se identifican ya sea por su masa o por su tiempo de retención. La identificación, por comparación con la librería interna, que contiene cerca de 32.000 espectros almacenados, requiere menos de 30 segundos.

En el caso de analizar sustancias marcadas isotópicamente pueden obtenerse resultados cuantitativos incluso sin separación completa. Asimismo pueden utilizarse isótopos marcados como estándar cuantitativo, característica que no ofrecen los otros detectores cromatográficos. El sistema incluye un programa de diagnósticos para el instrumento y los programas.

El Ion Trap Detector es una marca de Finnigan Corporation.

El nuevo sistema de bombas para cromatografía líquida de alta resolución. El modelo 410 LC

Perkin-Elmer introduce una nueva serie de bomba para cromatografía líquida, el modelo 410 LC. Esta nueva bomba es la tercera generación de los sistemas de cuatro disolventes y ofrece una excepcional flexibilidad y altas especificaciones a bajo precio.

Las bombas de cuatro disolventes Perkin-Elmer, facilitan los análisis en el campo farmacéutico, contaminación, polímeros, biomedicina y biotecnología.

La serie 410 LC se adapta fácilmente para análisis de investigación y rutina, y se puede utilizar en cualquier tipo de cromatografía líquida incluyendo alta velocidad, microbore y semipreparativa. Incluye un programa multiárea que permite modificar los programas de análisis mientras la bomba está en operación.

La serie 410 LC permite la selección de programas simultáneos hasta cuatro disolventes y a flujos de 0,01 a 10 ML/min. Se puede mezclar cualquier combinación de cuatro disolventes produciéndonos mezclas binarias, terciarias y cuaternarias para análisis isocráticos y gradiente. La serie 410 LC

puede producir gradientes lineales, cóncavos y convexos. El programa multitarea nos permite editar los métodos analíticos en memoria o en funcionamiento cuando el sistema está en operación. Se incluye encañamiento de métodos para analizar hasta cien muestras automáticamente. Tiene protección para almacenar diez métodos de hasta diez niveles y una protección de todos estos datos de hasta cinco años.

La serie 410 LC incluye eventos externos programables, entradas y salidas para inyectores automáticos, sistemas de integración y periféricos, programa de autodiagnóstico y límites de alta y baja presión y un sistema de desgasificación de helio.

Waters

Division of MILLIPORE

Nueva estación de datos para cromatografía modelo Waters 820 que combina un PC-IBM con un software rápido y de fácil utilización

Recientemente la División de Cromatografía Waters (Millipore) ha presentado la nueva estación de datos Waters 820 que facilita la rápida adquisición y tratamiento de datos cromatográficos.

La estación de datos para cromatografía Waters 820 está compuesta por un ordenador personal IBM XT o AT y por el software de Waters WIRC^M (Cromatografía con Respuesta Instantánea de Waters) que proporciona un rápido y avanzado tratamiento de datos. El 820 utiliza el "ratón electrónico" y menús por la técnica de ventanas (pull down) que permiten a los cromatografistas una rápida selección de los parámetros de trabajo, pedir información o ayuda, expandir porciones de cromatograma o efectuar otras funciones de procesado en segundos. Las gráficas de alta resolución permiten la clara visualización incluso de los detalles cromatográficos más insignifi-

cantes. Varios cursores guían al usuario a través de las varias posibilidades de procesado.

El Waters 820 puede adquirir simultáneamente datos de hasta cuatro equipos de cromatografía incorporando cada uno de ellos hasta un máximo de cuatro detectores. Esta estación de datos es compatible con la mayor parte de ordenadores comerciales, incluyendo grandes ordenadores y la Estación de Datos y Control para Cromatografía Waters 840. Además del software WIRC, el 820 se suministra de forma estándar, con los softwares Basic y "Paintbrush", pudiéndose aplicar otros paquetes de software disponibles comercialmente. Los informes analíticos se pueden hacer a medida y los resultados se pueden enviar y procesar con otros programas estadísticos, etc., como el Lotus 1-2-3, RS/1 u otro tipo de programas IBM compatibles, para efectuar cálculos más completos u otro tipo de estudios.

Para una información más amplia, puede ponerse en contacto con la División de Cromatografía Waters, Millipore Ibérica, de Barcelona (93) 325 96 16, o Madrid (91) 729 03 00.

Nuevo sistema de cromatografía Waters GPC III para análisis de polímeros y aditivos

La División de Cromatografía Waters de Millipore ha presentado recientemente un nuevo sistema de cromatografía de permeación sobre geles (GPC) para el análisis de polímeros de alto peso molecular, separación de oligómeros y determinación de aditivos. El equipo incluye la posibilidad de trabajo isocrático o con gradientes, detección programable UV-Vis, detección por índice de refracción de alta sensibilidad y estabilidad, y opcionalmente, sistema de inyección automático de muestras y Estación de Datos y Control.

El sistema Waters GPC III incorpora el nuevo módulo de gradientes Waters 600, que facilita el análisis de aditivos y polímeros de bajo peso molecular por cromatografía líquida en fase reversa con gradientes.

La determinación de pesos moleculares de polímeros de mayor tamaño se efectúa isocráticamente con el mismo sistema de bombeo. El Waters 600 logra una precisión en el caudal del $\pm 0,1\%$ y una precisión en la mezcla de disolventes en los gradientes del $0,15\%$. Además el modelo 600 purga automáticamente y es capaz del control de temperatura del horno de columnas para mayor estabilidad y reproducibilidad.

Como sistemas de detección, el GPC III, incluye el detector UV-Vis multicanal Waters 490. Permite la programación de longitudes de onda desde 190 a 600 nm con el fin de optimizar la información espectroscópica obtenida en el análisis. Asimismo incorpora el detector de índice de refracción Waters 410 de alta estabilidad y sensibilidad al incluir un sistema de control de temperatura.

Como tratamiento de datos, el GPC III incluye, opcionalmente, la Estación de Datos y Control para Cromatografía Waters 840 con el software Waters Expert^M para el almacenamiento y procesado de datos. El software para GPC incluye calibración con patrones monodispersos, sistemas de calibración Purdon-Mate con patrones polidispersos, rutinas especiales de comparación de polímeros, etc.

Para ampliar información póngase en contacto con la División de Cromatografía Waters, Millipore Ibérica, de Barcelona (93) 325 96 16, o Madrid (91) 729 03 00.

MERCK

Nuevo sistema HPLC MERCK: el Analizador de Catecolaminas

La determinación cuantitativa de catecolaminas en fluidos humanos, tiene un

gran valor para el diagnóstico clínico de una variedad de enfermedades, entre ellas, hipertensión, tumores cerebrales, híper e hipotiroidismo, distrofia muscular, enfermedades neurológicas y de corazón. Más aún, el análisis de catecolaminas es importante en medicina deportiva, por ejemplo, para la elucidación de estimulantes.

Los métodos radioenzimáticos utilizados en la actualidad, así como los procedimientos basados en HPLC, requieren un tratamiento de muestra externo ("off-line"), debido a la complejidad de las matrices. Estos métodos son laboriosos, consumen bastante tiempo y son caros.

Recientemente, se han desarrollado métodos con un sistema interno ("on-line") de preparación de muestras de especies libres de proteínas.

El nuevo Analizador MERCK permite la determinación cuantitativa de catecolaminas en muestras libres de proteínas (orina) y por vez primera en muestras que sí contienen proteínas (suero, líquido cerebro espinal).

Este nuevo procedimiento de análisis automático, incluye una precolumna concentradora para el tratamiento "on line" de muestras. Debido a las propiedades químicas y físicas del material de relleno desarrollado por MERCK para esta precolumna es posible la inyección directa de muestras con y sin proteínas. El único tratamiento previo es la acidificación a pH 3 y centrifugación. Una muestra así preparada, puede directamente instalarse en un muestreador automático e inyectarse.

Esta sistemática, combinada con un método de calibración mediante estándar externo y la detección fluorimétrica de las sustancias, hacen del analizador MERCK un sistema extraordinariamente preciso y seguro.

CHROMPACK



Avda. de América, 58
28028 Madrid
Tel. (91) 256 57 34

Nuevo detector de conductividad térmica para GC

En cromatografía de gases, los detectores más usados son FID, ECD y TCD. El detector de conductividad térmica (TCD) es el más empleado debido a su aplicación universal, pero falla su sensibilidad cuando se usa GC capilar, ya que al depender de la concentración, la sensibilidad disminuye debido al make-up.

Por eso, el TCD de Chrompack es excelente para su empleo con columnas capilares. Va montado en una unidad compacta que permite su fácil instalación en cualquier cromatógrafo. Además se ha cuidado el diseño de su aislamiento para garantizar una excelente estabilidad térmica de la célula. Esta tiene un volumen de $2 \times 10 \mu\text{l}$ por canal, es decir, $20 \mu\text{l}$.

Nuevo detector amperométrico para HPLC

En cromatografía de líquidos, se usa cada día más, la detección electroquímica con el fin de detectar compuestos electroquímicamente activos.

El detector amperométrico AMOR de Chrompack es de fácil manejo (se monta y desmonta en segundos); tiene tres electrodos; su electrodo principal es de carbón vítreo especial, de gran resistencia química y baja porosidad; no tiene problemas de burbujas de aire y no requiere mantenimiento. Su rango de sensibilidad es de 0,1 a 1.000 nA f.s.d. 13 pasos y el volumen de la célula es de $0,5 \mu\text{l}$.

Nuevas columnas capilares

Chrompack es el mayor productor mundial de columnas capilares, fabricando 42 fases distintas estándar y 6 fases crosslinked. Ahora lanza al mercado 9 fases y columnas

con aplicaciones específicas y sin competencia alguna. Por ejemplo, la nueva columna capilar TAP para análisis de triglicéridos a 360°C o la nueva columna capilar Molsieve para análisis de gases ($\text{H}_2, \text{O}_2, \text{CO}, \text{CO}_2, \text{N}_2$, etcétera).

Carbowax 20 M Crosslinked

Chrompack fue el primer fabricante que logró inmovilizar el Carbowax y hacerle térmicamente estable y lavable. Esto sucedió hace cinco años. Desde entonces ha ido logrando nuevas mejoras en esta fase químicamente ligada y así ahora su CP-WAX 52 CB consigue la mayor estabilidad conocida, tras haber desarrollado un método único para inmovilizar el Carbowax. Ya es posible inyectar muestras con agua en estas columnas y también pueden lavarse (con agua, metanol, diclorometano o alcanos), posibilitando trabajar con muestras sucias. Además al ser su índice de polaridad idéntico al del Carbowax 20 M, los picos eluyen en la misma secuencia que con éste, permitiendo la transferencia de análisis entre ambas.



Cromatógrafos de gases Shimadzu GC-15A/16A: nuevas tendencias en instrumentación cromatográfica

Los cromatógrafos Shimadzu GC-15A y GC-16A se han diseñado no sólo, como cromatógrafos de gases independientes y de altas prestaciones, sino también como instrumentos para sistemas multi-GC o sistemas de automatización de laboratorio, siendo muy sencillo trabajar con ellos, y asegurando la posibilidad de ampliaciones futuras.

Sus características más notables son las siguientes: horno de columnas espacioso; módulo de inyección de muestras con control de temperatura independiente; pantalla en color; programación del instrumento vía menú; posibilidad de programación de hasta

cinco rampas y programación en el tiempo; doble inyector y doble detector para columnas empaquetadas (uno sólo para columnas capilares) protección de archivos de parámetros mediante batería y autodiagnóstico. Estos instrumentos pueden ser capaces de mostrar el cromatograma en tiempo real con corrección de línea de base así como de dar instrucciones orales sobre su programación.

La serie 16, además utiliza un accesorio para floppy disk, permitiendo almacenar cromatogramas y un teclado completo, siendo susceptible de ser programado en Basic.

Nuevo sistema para análisis de espacio en cabeza, totalmente automático

Este nuevo sistema se compone básicamente de los siguientes componentes: el muestreador de espacio en cabeza HSS-2A, el cromatógrafo de gases GC-9A y el integrador/procesador de datos C-R3A.

El HSS-2A incorpora un carrusel de 40 muestras y puede analizarlas automáticamente ahorrando, por tanto, tiempo de operación. Estos viales de muestra se van calentando uno tras otro durante el tiempo preprogramado, procedimiento que asegura una alta repetibilidad de muestreo ya que todas las muestras se tratan idénticamente y se previene la degradación de la muestra debido al calentamiento prolongado.

La jeringa de inyección también se mantiene calentada a la temperatura programada, para prevenir que vapor de la muestra se condense en la jeringa y contribuyendo, por tanto, a minimizar la pérdida de muestra y exaltar la precisión. Además la jeringa se enjuaga con gas después de la inyección de cada muestra para minimizar la contaminación entre muestra y muestra.

Por otra parte se pueden memorizar hasta cuatro juegos de condiciones de operación y cualquiera de ellos se pueden llamar automáticamente de acuerdo con el preprograma de trabajo. De hecho, cada muestra se puede analizar bajo las condiciones de operación más idóneas de entre las memorizadas.

Estos instrumentos, fabricados por Shimadzu Corporation, se distribuyen en España por la firma Izasa, S.A.

Novedad: sistema de HPLC con inyección de muestras automatizado en gradiente a baja o alta presión basado en ordenador IBM-PC/XT/AT o compatible con adquisición y procesado cuantitativo de datos cromatográficos

La incorporación de ordenadores personales tipo IBM o compatibles, y el desarrollo de programas cromatográficos de integración y cálculo cuantitativo permite la automatización de los sistemas de HPLC-LKB.

En su línea continua de desarrollo LKB en el área de la cromatografía líquida de alta eficacia incorpora ahora las siguientes posibilidades.

- Adquisición de datos cromatográficos de cualquier detector de salida analógica mediante interfase convertidora Analógica/Digital de doble canal (dos detectores simultáneos), con capacidad de almacenamiento y posterior volcado al ordenador base IBM o compatible.
- Software de integración y cálculo cuantitativo Nelson para ordenador IBM o compatible, que permite entre otras cosas:
 - Almacenamiento cromatogramas.
 - Creación de métodos de integración.
 - Comparación de hasta ocho cromatogramas en pantalla (superpuestos o no).
 - Obtención de diferencias o relaciones entre cromatogramas.
 - Calibración automática en los métodos de integración de estándar interno o externo.
 - Integración o reintegración por áreas, estándar externo, o estándar interno.
 - Creación de secuencias de inyección.
 - Representación de las curvas de calibración con los patrones, etc.
- Capacidad de soporte en el IBM de hasta seis interfases de doble canal, que permite la conexión de hasta doce cromatógrafos simultáneamente.

- Control desde el formador de gradientes o desde el autoinyector de la adquisición de los cromatogramas, para almacenamiento e inyección automatizada de muestras.
- Creación en el método de integración de las secuencias de inyección, para almacenamiento en archivos de memoria diferentes de los cromatogramas obtenidos de los diferentes pinchazos cromatográficos.
- Posibilidad de impresión de todos los cálculos cuantitativos y/o gráficos correspondientes a cromatogramas o curvas de calibración.
- Posibilidad de uso de ordenador para otras aplicaciones, durante el tiempo de adquisición de datos cromatográficos en función de la capacidad de memoria de la interfase.

Les rogamos que si necesitan una mayor información de los sistemas LKB, se pongan en contacto con Izasa, S.A., en cualquiera de sus 16 oficinas comerciales distribuidas por el territorio nacional.

Madrid: Tel. 743 13 42.

Barcelona: Tel. 254 81 00.

holográfica y una velocidad de posicionamiento de 60.000 rpm/min permite la medida simultánea a dos longitudes de onda y el registro de espectros durante un cromatograma.

El nuevo inyector automático modelo 460, de volumen variable entre 1 μ l y 1250 μ l, reduce al mínimo la contaminación cruzada (< 0,007%) gracias al lavado de la jeringa interna y exteriormente totalmente programable permitirá la derivatización automática en precolumna.

Todo ello controlado por el Data System 450 ordenador compatible IBM-AT, equipado con un convertidor A/D de 16 bits, con posibilidad de gradientes ternarios y la integración de dos canales de detección y registro de espectros.



Nuevo sistema KONTRON para HPLC

Kontron lanza al mercado su nueva serie de equipos modulares para cromatografía líquida, HPLC-SYSTEM 400. Como partes integrantes de este sistema, tenemos la bomba de alta presión modelo 420, ya presentada en el mercado, la primera bomba con cabezal cerámico, que permite trabajar con cualquier tipo de fase móvil, y sistema CSP (columna shock protection) que alarga de forma eficiente la vida de su columna.

En el detector de ultravioleta-visible modelo 430, con un rasgo entre 190-800 nm, equipado con red de difracción cóncava

Cromatografistas en todo el mundo disfrutan ya de sus servicios. Más de 3.500 unidades vendidas en Europa



LLAMENOS a:
Madrid Tel.: 91/734 61 14
Barcelona Tel.: 93/254 81 00



Disponemos de equipos en "stock" para atender de inmediato pedidos y demostraciones.



El Chromatopac C-R3A aporta todas las funciones de proceso de datos requeridas en Cromatografía:

- Puede conectarse a cualquier Cromatógrafo de Gases o de Líquidos de cualquier marca.
- Proporciona informe cromatográfico completo.
- Fácil manejo.
- Memoria de gran capacidad para archivar cromatogramas.
- Programación en lenguaje BASIC.
- Capaz de procesar hasta 4.000 picos.
- Interfase estándar para cassette.
- Puede comunicarse con un ordenador externo vía interface opcional.
- Precio muy atractivo.
- Etc.

Pantalla opcional.

Disco Floppy opcional:

- Sencillo o doble.
- Floppy de 5" y 1/2 Megabyte para archivo de programas o datos.
- Hasta 100 horas de archivo de cromatogramas (20 horas para capilares).

empresas colaboradoras

PROTECTORAS:

KONIK INSTRUMENTS
PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.

ASOCIADAS:

ABELLO, OXIGENO-LINDE, S.A.
BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.
CES ANALITICA, S.A.
CHEMICONROL, S.L.
CHROMPACK
COMERCIAL ASSENS-LLOFRIU, S.A.
IGODA, S.A.
IZASA, S.A.
KONTRON, S.A.
LASING, S.A.
MILLIPORE IBERICA, DIV. CROMATOLOGRAFIA WATERS
PHILIPS IBERICA, S.A.E.
QUIMIGRANEL, S.A.
SOCIEDAD ESPAÑOLA DEL OXIGENO
SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CARBUROS METALICOS
SUGELABOR
TEKNOKROMA LTDA.

