



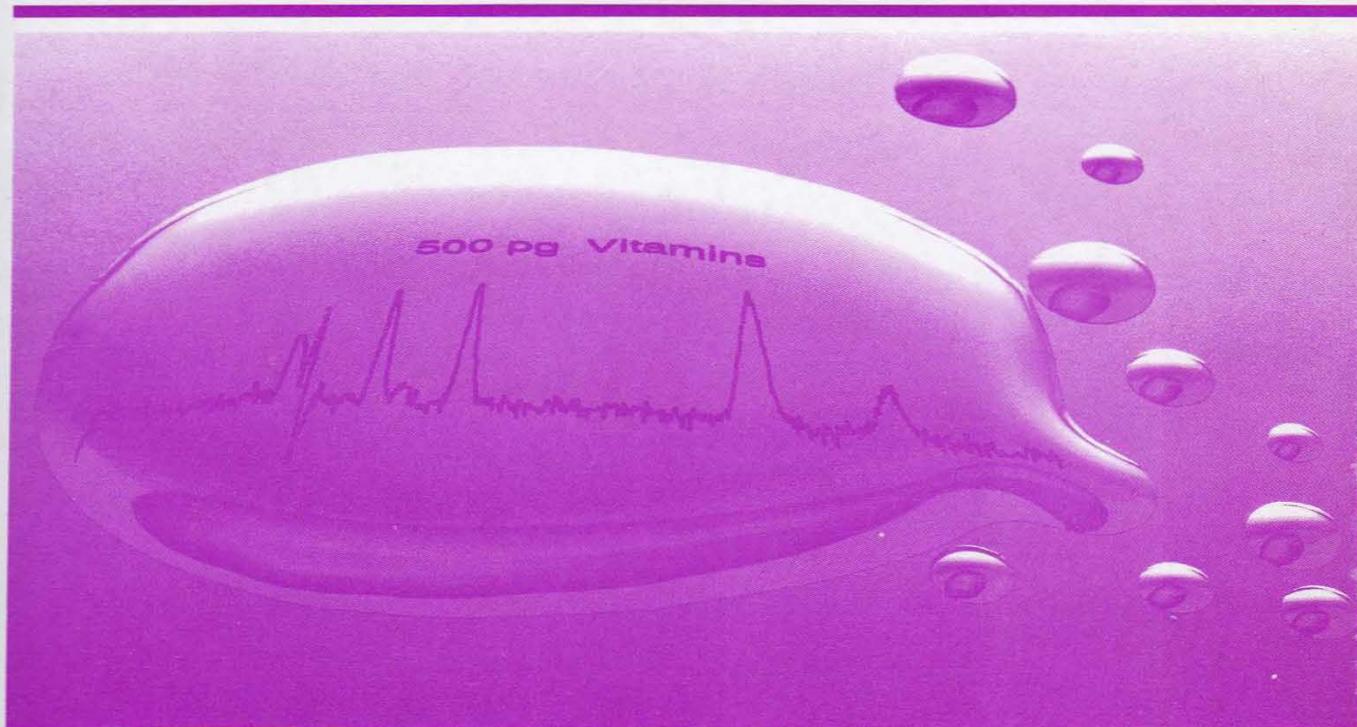
Boletín informativo del grupo de

Cromatografía y Técnicas Afines

Real Sociedad Española de Química

Madrid, diciembre 1988. Vol. 9. Núm. 2

Nuevo Detector de Diodos de PERKIN-ELMER Modelo LC-235



Sensibilidad Excepcional

PERKIN-ELMER conjuga la sensibilidad de un ultravioleta de longitud de onda variable con las prestaciones de los de diodos. Sensibilidad cinco veces superior a la de cualquier otro detector de diodos existente.

De fácil manejo

El Modelo LC-235, no requiere ordenador como los otros detectores existentes. Sin necesidad de manejar códigos complejos. Se fija la longitud de onda, sensibilidad, información espectral solicitada y formato, todo lo demás se efectúa automáticamente. Las teclas y llamadas especiales, le hacen el detector de diodos de más fácil manejo existente hoy en día.

Prestaciones inmejorables

El LC-235 es el único detector que satisface todas sus necesidades y expectativas. Cromatogramas perfectamente señalizados, pureza automática para cada pico y espectros de alta calidad. Todo ello a niveles de trazas.

Rompiendo precios

El arte de la detección al alcance de cualquier presupuesto. Precio impactante, ni comparación con los detectores actuales. Por el precio de un buen detector de ultravioleta, ahora tiene las prestaciones del de diodos.

Por fin su técnica de detección unificada.

Estamos a su disposición para informarles.

Madrid. La Masó, 2
Tel.: (91) 734 04 00

Barcelona. General Vives, 25-27
Tel.: (93) 212 22 58

Sevilla. Avda. República Argentina, 39
Tel.: (954) 45 70 22

Bilbao. Avda. del Ejército, 11
Tel.: (94) 447 10 21

Valencia. Buen Orden, 11
Tel.: (96) 325 17 52

Zaragoza. Bolonia, 12
COMERCIAL RAFAEL, S.L.

Oviedo. Pedro Masaveu, 1
NEOQUIMIA

Santiago de Compostela, Fernando III el Santo, 12
HORTAS



PERKIN-ELMER

BOLETIN INFORMATIVO DEL GCTA

Madrid, diciembre 1988. Vol. 9. Núm. 2

INDICE

- 54 EDITORIAL.
- 55 PALABRAS DEL PRESIDENTE.
- 57 NUEVAS TENDENCIAS DE LA CROMATOGRAFIA FLUIDA SUPERCRI-
TICA, por Josep M. Bayona.
- 67 CROMATOGRAFIA LIQUIDA-ESPECTROMETRIA DE MASAS. APLICA-
CIONES EN ESTUDIOS DE NEUROQUIMICA Y METABOLISMO DE
LIPIDOS, por E. Gelpí.
- 69 METODOS DE INYECCION DE MUESTRA EN COLUMNAS CAPILARES
PARA CROMATOGRAFIA DE GASES, por Marta Fernández Díaz.
- 75 ESCOGIENDO LA JERINGUILLA ADECUADA, por J.L. Lopesánchez.
- 77 CALENDARIO DE ACTIVIDADES.
- 79 ALGUNAS PUBLICACIONES DE MIEMBROS DEL GCTA.
- 84 NOTICIAS DEL GCTA.
- 87 REUNIONES INTERNACIONALES.
- 89 INFORMACIONES.
- 90 RESEÑA DE LIBROS.
- 93 NUEVOS SOCIOS DEL GCTA.
- 97 NOVEDADES TECNICAS.

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 - Tel. 551 38 94 - 28007 Madrid

Editorial

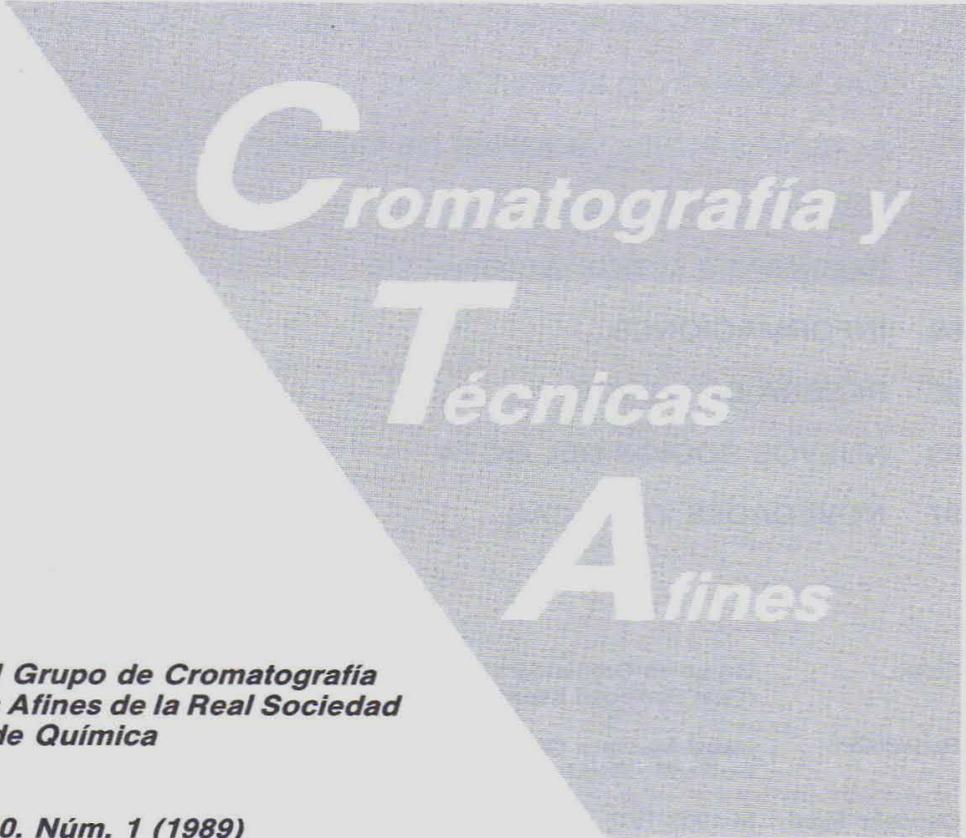
Aparece el número del Boletín correspondiente a diciembre de 1988. En este número se inicia una serie de innovaciones, que esperamos sirvan para mejorar tanto la imagen como el contenido.

En este número se incluye un proyecto de portada y siglas —cambio de imagen— y una nueva sección de divulgación cromatográfica; también se inicia la reseña de las reuniones de la junta directiva y se amplían las noticias e informaciones.

Nuestro propósito es continuar con estas innovaciones e incluir otras en el próximo número, con el fin de interesar cada vez más al mayor número posible de especialistas. Pero, eso sí, nuestro entusiasmo necesita de la colaboración de todos.

Desde estas líneas agradecemos vivamente su cooperación a todos aquellos que nos han enviado sus aportaciones y rogamos a los demás de que no vacilen en contactar con el GCTA tanto para enviar noticias o artículos como consultas, dudas o críticas. Todo será bien recibido.

Y para terminar, a todos los lectores, ¡feliz año 1989!



Cromatografía y
Técnicas
Afines

**Boletín del Grupo de Cromatografía
y Técnicas Afines de la Real Sociedad
Española de Química**

Volumen 10. Núm. 1 (1989)

Palabras del presidente

Al asumir la presidencia del GCTA, además del agradecimiento a mis predecesores, sin cuyo esfuerzo y dedicación no habría grupo que presidir, se me plantea la cuestión de cómo definir el Grupo y sus actividades. Pensando en estos términos surge la imagen de un grupo especializado que edita un boletín, organiza una reunión científica anual y tiene unos 430 socios, lo que representa algo menos de la mitad de los miembros de la Sociedad Cromatográfica británica.

En conjunto, todo ello refleja sin duda un gran potencial que, sin embargo, a mi juicio no se traduce en la suficiente actividad y el empuje deseables en beneficio de la Cromatografía y Técnicas Afines en España sino más bien en una situación de confortable apatía. Con ello no pretendo criticar ninguna actuación en concreto, puesto que todos hemos tenido algo que ver con esta situación. Mi único interés es llamar la atención a un estado de cosas que puede resultar preocupante. En cierto modo es natural que después de varios años de actividad y de momentos ciertamente brillantes, como por ejemplo, la Reunión Internacional en 1974 en Barcelona, se pase por períodos de relativa calma; pero no deberíamos aceptar un estado letárgico. Personalmente no deseo asumir y perpetuar tal posibilidad como algo ya inevitable y os invito a todos a reflexionar sobre nuestro futuro en el GCTA.

Me consta que las casas comerciales y nuestras empresas colaboradoras no están muy satisfechas con lo que reciben del grupo, ni con su imagen y protagonismo a nivel nacional. Por otro lado la participación de la industria en la vida del grupo sigue siendo marginal y para muestra basta comprobar la procedencia de los trabajos presentados en la última reunión anual en Murcia. ¿Es que sólo se hace cromatografía en el CSIC y en la Universidad? ¿Por qué sobre más de 400 miembros la asistencia a las reuniones científicas es relativamente tan limitada? ¿Por qué desconocemos en el GCTA una parte muy importante de lo que se publica en España relacionado con el desarrollo o utilización de técnicas cromatográficas? Creo que además de éstas podríamos plantearnos muchas otras cuestiones vitales para el futuro del GCTA, como de hecho ya acabamos de hacer muy recientemente en una reunión de Junta Directiva de la cual se incluye una reseña en este boletín. Resumiendo el espíritu de lo tratado en dicha junta, lo verdaderamente importante es que manteniendo y potenciando todo lo bueno que se ha hecho hasta ahora (que sin duda es mucho como por ejemplo, la callada pero excelente labor de los redactores del boletín) deberíamos plantearnos un relanzamiento de nuestras actividades e imagen de grupo.

E. Gelpí

SHIMADZU GC

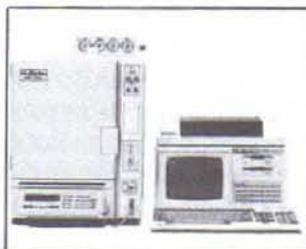
LA GAMA MAS AMPLIA DEL MERCADO

GC-8A



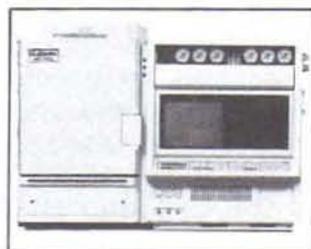
RUTINA

GC-14A



CONTROL

GC-15A



INVESTIGACION

Consúltenos. Le atenderemos desde la más próxima de nuestras 18 delegaciones en España.



Barcelona 323 48 63. Bilbao 35 18 38. Gijón 35 67 46. Granada 28 07 50.
Las Palmas 24 21 49. Madrid 734 61 14. Málaga 39 28 97. Murcia 29 87 11.
La Laguna 65 01 12. Palma de Mallorca 28 91 71. Santander 25 30 16.
Santiago de Compostela 58 28 00. Salamanca 24 09 70. Sevilla 36 41 66.
Valencia 347 66 25. Valladolid 23 59 27. Zaragoza 77 17 14.

Nuevas tendencias de la cromatografía fluida supercrítica

Josep M. Bayona

C.I.D.-C.S.I.C. Departamento de Química Ambiental. Jorge Girona Salgado, 18-26. 08034 Barcelona

INTRODUCCION

Los fluidos supercríticos, gases sometidos a presiones y temperaturas superiores a su punto crítico, poseen unas propiedades físico-químicas intermedias entre los gases y los líquidos. Así por ejemplo, debido a sus propiedades solvantes singulares, su aplicación como fase móvil en cromatografía presenta un gran interés. La técnica cromatográfica, en la que se utilizan fluidos supercríticos como fase móvil, se ha llamado *cromatografía fluida supercrítica* (CFS). Las viscosidades de los fluidos supercríticos son próximas a la de los gases, y del orden de 100 veces más bajas que los líquidos, y además, los coeficientes de difusión de los solutos en la fase móvil son superiores a la de los líquidos. Estas propiedades dan el soporte teórico a que la CFS pueda presentar eficacias superiores en un tiempo de análisis más corto en comparación con la cromatografía líquida (CL). La elección de un fluido supercrítico que presente una temperatura crítica suficientemente baja, permite analizar compuestos termolábiles y de elevado peso molecular, que se descompondrían antes de su elución en cromatografía de gases (CG) y debido a que la detección universal resulta fácilmente asequible, presenta ventajas respecto a los detectores utilizados en la CL. Por tanto, esta técnica cromatográfica puede cubrir el vacío existente entre las cromatografías de gases y de líquidos.

La primera separación mediante la CFS fue realizada en 1962 [1]. Desde entonces y durante los 20 años subsiguientes, se han utilizado columnas empaquetadas, siendo el tiempo de análisis la ventaja más notable de la CFS respecto a la CL. Durante este período se centró más la atención en la CL, ya que no se conocían las ventajas potenciales de la CFS. Las columnas capilares abiertas se introdujeron en 1981 [2], que debido a la baja caída de presión a lo largo de la columna, permite utilizar columnas de mayor longitud, generándose con ello una eficacia total superior. Además, debido a que operan con un flujo bajo, se pueden acoplar satisfactoriamente tanto a los detectores utilizados en CG y CL. El perfeccionamiento de la instrumentación analítica en la CFS alcanzado durante los últimos años, ha generado una mayor competitividad en comparación con las otras técnicas cromatográficas clásicas. Las aplicaciones analíticas de la CFS se han expandido de una forma muy notable recientemente se tratarán en el último apartado del presente trabajo.

ASPECTOS TEORICO-PRACTICOS

Los aspectos teóricos de la cromatografía fluida supercrítica han sido descritos tanto para las versiones en que se utilizan columnas de relleno [3,4], como en la que se utilizan columnas capilares [5,6]. Las columnas empaquetadas presentan una eficacia global más baja, debido a que la caída de presión a lo largo de la columna, limita su longitud, y por tanto el número de platos teóricos. Kong *et al* [7] han estudiado la eficacia cromatográfica de la CFS utilizando

columnas capilares en función de la velocidad de la fase móvil. El valor óptimo es de $0,2 \text{ cm s}^{-1}$ para columnas capilares de $50 \mu\text{m}$ de diámetro interior, el cual resulta demasiado lento desde un punto de vista práctico, utilizándose generalmente velocidades 10 veces superiores al valor óptimo.

Fluidos supercríticos

En la figura 1 se muestra un diagrama de fases (presión-temperatura) característico de una sustancia pura, donde se define la zona operacional de la CFS (SF). Las fases gas y líquida se separan mediante la curva de la presión de vapor que une el punto triple (TP) con el crítico (CP). La región situada en la parte superior hacia la derecha del punto es la zona operacional de los fluidos supercríticos, que por otra parte presentan una transición continua de propiedades entre las fases líquida o gas.

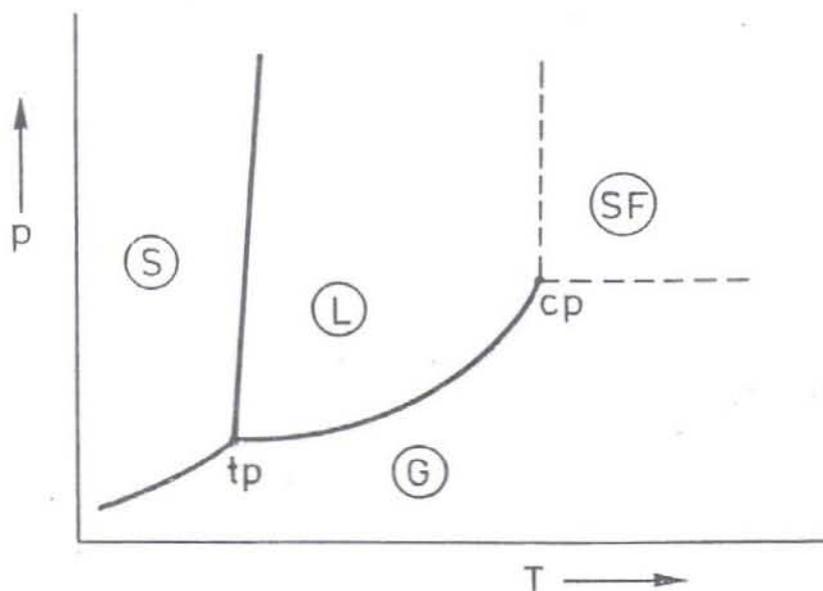


Fig. 1.—Diagrama de fases típico de un componente puro. Tp, punto triple; Cp, punto crítico (presión crítica P_c , temperatura crítica, T_c); G, fase gas; L, líquido; S, sólido, y SF, fluido supercrítico.

Los gases que pueden ser utilizados como fluidos supercríticos, deberían presentar una temperatura crítica comprendida entre 0 y $200 \text{ }^\circ\text{C}$ y a su vez una presión crítica no demasiado elevada. En la tabla I se muestran algunos de los fluidos supercríticos. De todos ellos, el dióxido de carbono es el más utilizado debido a sus propiedades físico-químicas y consideraciones ambientales, a pesar de ser apolar, en presencia de solutos polares, es polarizable. Sin embargo se requieren fases móviles con mayor poder solvatante para la elución de solutos de polaridad elevada. El amoníaco es una alternativa excelente, aunque presenta incompatibilidades instrumentales. Otra forma de resolver este problema consiste en adicionar modificadores orgánicos de las características deseadas a la fase móvil, con ello se consigue reducir el factor de capacidad (k') de los solutos o mejorar la simetría de los picos cromatográficos y en algunos casos, la selectividad de la fase móvil [8].

Tabla I. Tipos de fase móvil utilizadas en la CFS

fase móvil	T _c °C	p _c atm	d _c gcm ⁻³	δ _{SFC} cal ^{1/2} cm ^{3/2}
eteno	9,2	49,7	0,217	5,8
xenon	16,6	57,6	1,113	6,1
CO ₂	31,0	72,9	0,466	7,5
N ₂ O	36,4	71,5	0,452	7,2
SF ₆	45,5	37,1	0,738	5,5
NH ₃	132,4	111,3	0,235	9,3
n-C ₅ H ₁₂	196,5	33,3	0,237	5,1
NO ₂	158,3	100,0	0,271	11,0

T_c: temperatura crítica; P_c: presión crítica; d_c: la densidad en el punto crítico y δ_{SFC}: la solubilidad de los fluidos supercríticos [14].

Densidad de la fase móvil

Las propiedades solvatantes de un fluido determinado son función de la densidad. Por tanto, la elución de compuestos con un rango amplio de pesos moleculares, se puede realizar programando la densidad durante el análisis, de forma análoga a la programación de la temperatura en la cromatografía de gases o la formación de gradientes en la cromatografía líquida.

Se han calculado varios puntos de la isoterma presión-densidad combinándose mediante análisis por regresión hasta un polinomio de 6º orden [9]. Incrementando la presión por encima del punto crítico, inicialmente se traduce en un fuerte aumento de la densidad, que resulta menos aparente a presiones más elevadas.

Al incrementar la densidad disminuye la difusión de los solutos en la fase móvil, D_M, originando con ello una deterioración progresiva de la eficacia de la columna. Además, los solutos que se eluyen a densidades altas, son compuestos de elevado peso molecular, los cuales poseen valores de D_M inferiores. La combinación de estos efectos puede ocasionar la pérdida de hasta el 75% de la eficacia de la columna, operando a una velocidad lineal de la fase móvil 10 veces superior al valor óptimo. Resulta por tanto evidente que para mantener las eficacias elevadas en la CFS, es necesario operar a valores de la densidad lo más baja posible. Incrementar la temperatura simultáneamente con la densidad es una ayuda valiosa que puede compensar la pérdida de eficacia durante la programación de la densidad. Los coeficientes de difusión aumentan con la temperatura, y a temperaturas elevadas facilitan la volatilidad del soluto, reduciendo su retención y con ello se mejora la eficacia cromatográfica.

Dimensiones de la columna

La magnitud del coeficiente de difusión del soluto en fluidos supercríticos dicta la dimensión de la columna [10]. El diámetro interior puede ser superior al utilizado en CL (versión capilar), pero a la vez más pequeño en comparación con la CG. El límite en la longitud de columna que puede ser utilizada en CFS viene determinado por la pérdida de presión o densidad a lo largo de la columna, que es función de la longitud. Para una caída de presión del 3%, que es la máxima caída de presión permitida para una pérdida de resolución del 5% [5], la longitud de columna óptima para columnas de 50 μm de d.i. está alrede-

dor de 40 m. y alrededor de 5 m. para columnas de 25 μm de d.i. [10]. Se pueden obtener tiempos de análisis razonables utilizando columnas de diámetro interior de 50 μm o menos, generándose del orden 10^5 platos efectivos en menos de 2 h usando una columna de 34 m ($k'=5$). Schwarth y colaboradores [11] evaluaron la resolución y tiempo de análisis para columnas de relleno y capilares, concluyendo que cuando la viscosidad de la fase móvil y el peso molecular son elevados, las columnas empaquetadas presentan una velocidad de generación de platos teóricos superior a la obtenida mediante columnas capilares.

Temperatura

La solubilidad de la fase móvil es una función de la densidad, siendo ésta a su vez controlada por la presión y la temperatura. Además de la solubilidad de los solutos en la fase móvil, la volatilidad de los mismos son los efectos que mayor contribución tienen a la retención en la CFS. A presión constante, un incremento en la temperatura hace disminuir la densidad, incidiendo en un incremento de k' [12]. Sin embargo, la solubilidad de los solutos generalmente aumenta con la temperatura. Van Wasen y Schneider [13] han demostrado que el aumento de solubilidad con la temperatura predomina a presiones elevadas donde la variación de la densidad con la temperatura y la presión son menos aparentes. Fields *et al* [6] han demostrado que una programación simultánea de la densidad y la temperatura puede mejorar la resolución en la CFS especialmente para moléculas de elevado peso molecular.

Tecnología de la columna

Las fases estacionarias utilizadas en la CFS deben estar muy bien reticuladas, ya que el fluido supercrítico con su elevado poder solvatante procedería a su extracción, reduciendo drásticamente la vida de la misma. Sin embargo, un reticulado excesivo de la fase estacionaria ocasiona una estructura rígida, que se traduce con una reducida eficacia cromatográfica. La incorporación a la fase estacionaria de sustituyentes que facilitan las reacciones de radicales libres, facilitan la inmovilización de la fase estacionaria en las paredes de la columna. Así un bajo porcentaje de grupos vinilo (1-2%), o un contenido superior en grupos octilo (25-30%) son suficientes para obtener polímeros estables en las condiciones utilizadas en la CFS [7]. La tecnología de columna para la versión que utiliza columnas de relleno, no difiere con la utilizada en cromatografía líquida, utilizándose tanto las columnas características de fase normal (sílica, amino, diol), como las de fase reversa.

INSTRUMENTACION

La instrumentación utilizada en la CFS en la versión que utiliza columnas empaquetadas, es muy parecida a la utilizada en cromatografía líquida, exceptuando la refrigeración de los cabezales de la bomba de impulsión de la fase móvil y el inyector, y además, una restricción postcolumna a fin de generar una contrapresión suficiente para mantener la velocidad de la fase móvil dentro de los límites deseados. En cambio, debido a que el flujo de fase móvil es muy bajo en la versión capilar ($0,1 \mu\text{l}$ hasta varios $\mu\text{l min}^{-1}$) y debe suministrarse sin pulsaciones, se utilizan *bombas de jeringa*, modificándose convenientemente a fin de cumplir con los requisitos para operar en las condiciones de la CFS capilar. El sistema de bombeo de la fase móvil está controlado mediante un microprocesador que está retroalimentado desde un transductor de presión hasta la bomba, con ello se modifica el control de flujo por el de presión.

El método más efectivo para la *introducción de la muestra* en la columna es a través de una válvula de alta presión con un bucle de volumen adecuado al tipo de columna. Si se opera con columnas capilares, se procede a una división de la muestra inyectada, cuando se introducen volúmenes superiores a ≈ 75 nL. Aunque generalmente la muestra se inyecta en forma líquida, puede también realizarse en condiciones supercríticas, permitiendo por tanto, la inyección de sustancias insolubles en disolventes orgánicos. Realizando la inyección en condiciones supercríticas se ha podido cromatografiar con una recuperación mayor, la fracción de elevado peso molecular de hidrocarburos aromáticos policíclicos de crudos de petróleo [14]. Una desventaja importante que presentan los inyectores con división de flujo es la falta de linealidad de la inyección. Debido a ello se han introducido recientemente inyectores con tiempo de inyección programable controlados electrónicamente, y por tanto, el volumen de inyección puede ajustarse reproduciblemente a partir del tiempo de rotación y residencia del rotor en posición de inyección [15].

El bajo flujo en que operan las columnas capilares permiten su acoplamiento, con modificaciones mínimas, a la mayor parte de los detectores que se utilizan en cromatografía líquida. La transparencia de la fase móvil a la radiación UV, permite la utilización de los detectores ópticos. Las cubetas de detección utilizadas en *ultravioleta* y *fluorescencia* se deben modificar a fin de reducir su volumen en la versión capilar o hacerlas resistentes a la presión en la de relleno [16]. Ambos detectores operan a presiones elevadas ya que el capilar de restricción se conecta después del detector. La detección en condiciones de fluido supercrítico proporciona sensibilidad al detector, debido a que el índice de refracción es inferior. Además, se evita el ensanchamiento de la banda cromatográfica debido a la descompresión. Se ha demostrado que no se produce pérdida de sensibilidad cuando se realiza la detección en condiciones supercríticas [14]. Los límites de detección que se han encontrado resultan de 0,25 ng [16] y 70 fg [14] para el pireno utilizando los detectores de absorbancia en el ultravioleta y el de fluorescencia, respectivamente.

El acoplamiento de los detectores de *ionización de llama* y el *termoiónico* a la CFS fueron descritos por Fjeldsted *et al* [17] en la versión que se utiliza columnas capilares. Las columnas empaquetadas de pequeño diámetro (< 1 mm d.i.) pueden acoplarse a estos detectores. Las fases móviles tales como el dióxido de carbono y el óxido nitroso resultaron compatibles en ambos detectores. El problema principal del acoplamiento de los detectores de llama, reside en que debe procederse a la descompresión antes de la detección, para ello se han ideado diferentes tipos de restrictores. En la fig. 2 se presenta un cromatograma de una mezcla compleja de hidrocarburos aromáticos policíclicos aislados de un alquitrán, donde se puede observar una buena resolución cromatográfica.

El detector *fotométrico de llama* plantea mayores restricciones cuando se utiliza en la CFS [18]. El dióxido de carbono y el óxido nitroso dan emisión a 365 nm interfiriendo con la respuesta de los compuestos con azufre reduciendo con ello la sensibilidad.

Además presenta deriva de la línea de base durante la programación de densidad. Los límites de detección en el modo azufre son de 25 ng y 0,5 ng en el de fósforo, utilizando dióxido de carbono como fase móvil.

La *espectrometría de masas* (EM) puede proporcionar un gran potencial a la detección en la CFS debido a su sensibilidad y selectividad. Por otra parte, los

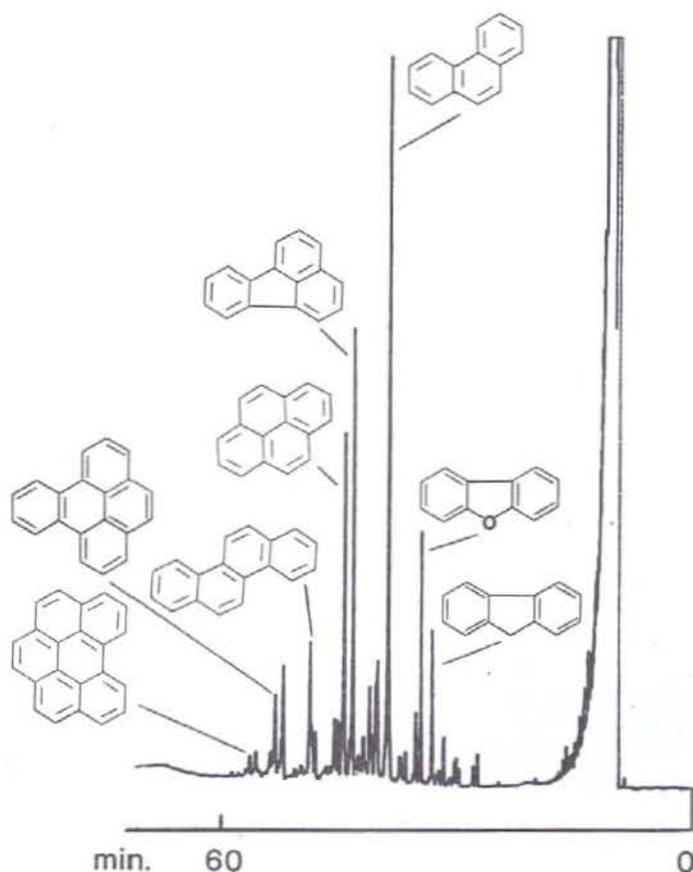


Fig. 2.—Cromatograma de fluidos supercríticos de la fracción de hidrocarburos aromáticos policíclicos neutros aislados a partir de un alquitrán, obtenido a 40 °C utilizando CO₂ y una programación lineal de la densidad a 0.008 g mL⁻¹ min⁻¹ desde 0.16 g mL⁻¹ durante 15 min hasta 0.8 g mL⁻¹. Columna capilar de sílice fundida de 10 m de longitud y 50 μm de d.i. recubierta con 0.25 μm de SE-54 como fase estacionaria.

fluidos supercríticos resultan fácilmente eliminables en el sistema de vacío primario de la fuente de iones. Se han publicado recientemente numerosos artículos al respecto, en algunos de ellos se presenta una excelente revisión científica [19-21]. Aunque modificando convenientemente la fuente, se pueden obtener espectros de impacto, la ionización química es el método más sencillo de aplicar en la CFS [22]. Algunos autores han utilizado la interfase del termopulverizador obteniendo resultados remarcables con solutos polares [23]. Smith *et al* [22] han utilizado una interfase que transfiere la totalidad del efluente de la columna a la fuente de iones. Utilizando esta interfase fueron analizados compuestos de peso molecular de 1.200 y los límites de detección fueron del orden del subnanogramo. Huang *et al* [24] han acoplado con mínimas modificaciones en la fuente de iones un espectrómetro de masas de alta resolución, obteniéndose espectros de masas típicos de impacto electrónico, obtenidos en condiciones de transferencia de carga o de ionización química.

La baja sensibilidad del detector de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) hace difícil realizar su acoplamiento con columnas de diámetro pequeño. Se han utilizado columnas de 150 μm de d.i. [25] o columnas rellenas de 2-4 mm d.i. [26] conectadas a una cubeta resistente a presiones elevadas, demostrándose con ello el potencial de la técnica. El dióxido de carbono no es totalmente transparente al infrarrojo y por tanto de interés restringido a ciertos grupos funcionales. El xenon resulta más interesante ya que es totalmente transparente a la radiación IR [27]. El *detector de reflectancia difusa FTIR* con eliminación previa de la fase móvil acoplada con columnas de diámetro pequeño, proporciona límites de detección de 10 ng [28].

APLICACIONES

El reciente interés que ha despertado la CFS se refleja en el número de publicaciones generadas durante los últimos años. La comercialización de instrumentación analítica fiable, el mayor conocimiento de las propiedades de los fluidos supercríticos y la versatilidad en la detección, como se ha tratado anteriormente, son los principales atractivos de la CFS.

El análisis de polímeros y compuestos termolábiles de volatilidad restringida son algunas de las aplicaciones más interesantes. Rayner y colaboradores [31] han resuelto y caracterizado mediante CFS acoplada a la espectroscopía FTIR, mezclas complejas de aditivos de polímeros con pesos moleculares superiores a 1.000 daltons, obteniendo espectros IR de calidad con 100 ng de cada componente. El desarrollo de interfases CFS-EM han permitido recientemente analizar polisiloxanos y oligosacáridos derivatizados con pesos moleculares cercanos a los 3.000 daltons [29]. La derivatización de oligo- y polisacáridos resulta necesaria cuando se utiliza CO_2 como fase móvil, pero permite la detección universal mediante el detector de ionización de llama [30]. La adición de un 2% molar de modificadores orgánicos (metanol o 2-propanol) al CO_2 ha permitido el análisis mediante CFS-EM de ciclosporinas y poliéteres iónicos de peso molecular superior a 1.000 daltons, obteniéndose espectros típicos de ionización química [32].

Aunque los plaguicidas organofosforados, carbamatos y fenoxiácidos se pueden cromatografiar directamente mediante columnas capilares de diámetro pequeño 25-50 μm [18,33], se requieren modificadores orgánicos del CO_2 cuando se utilizan columnas de relleno debido a su mayor actividad residual, siendo las polares de fase normal (aminosilano) las que proporcionan mejores separaciones entre este último grupo. La combinación de columnas capilares de d.i. pequeño (25-50 μm) con el detector de ionización de llama utilizando CO_2 como fase móvil permite analizar una gran diversidad de compuestos. Utilizando esta aproximación, se puede conseguir la selectividad requerida para una cierta separación ajustando convenientemente la polaridad de la fase estacionaria, de forma análoga a la cromatografía de gases. Entre las separaciones que han utilizado estas condiciones cabe destacar las de los colorantes azoicos no iónicos [34], ácidos carboxílicos y prostaglandinas libres [35], di- y triglicéridos [36], drogas de abuso sintéticas y sus metabolitos en fluidos biológicos [37], esteroides y ecdisteroides polihidroxilados sin derivatización [16-38]. La utilización de columnas de 25 μm de d.i. generan eficacias suficientemente elevadas, permitiendo separaciones ultrarrápidas [39].

Otros campos de aplicaciones de la CFS que han despertado gran interés, son la destilación simulada (SIMDIS) de fracciones pesadas de crudos de

petróleo [40] y el fraccionamiento en las diferentes clases químicas de diversos productos energéticos [41,42].

CONCLUSIONES

El desarrollo tecnológico de la CFS durante los últimos años ha generado una instrumentación que permite la utilización satisfactoria de columnas de pequeño diámetro (25-50 μm). La aplicación de detectores universales y selectivos dan un mayor potencial analítico demostrándose en la diversidad de aplicaciones cubriendo el vacío existente entre la CG y la CL. La investigación de nuevas fases móviles, puras o mixtas, resulta de gran interés con el fin de eliminar las limitaciones en cuanto a la polaridad de los solutos. La técnica de introducción de la muestra y la restricción postcolumna en la modalidad que utiliza columnas capilares son a su vez focos que deben recibir futura atención con el fin de desarrollar todo el potencial analítico de esta técnica.

REFERENCIAS

1. Klesper, E.; Corwin, A.H. y Turner, D.A. *J. Org. Chem.* 1962, 27, 700.
2. Novotny, M.; Springston, S.R.; Peaden, P.A.; Fjeldsted, J.C. y Lee, M.L. *Anal. Chem.* 1981, 53, 407A.
3. Giddings, J.C. *Sep. Sci.* 1966, 1, 73.
4. Bowmann, L.M., Jr.; Myers, M.N. y Giddings, J.C. *Sep. Sci. Technol.* 1982, 17, 271.
5. Peaden, P.A. y Lee, M.L. *J. Chromatogr.* 1983, 259, 1.
6. Fields, S.M. y Lee, M.L. *J. Chromatogr.* 1985, 349, 305.
7. Kong, R.C.; Fields, S.M.; Jackson, W.P. y Lee, M.L. *J. Chromatogr.* 1984, 289, 105.
8. Fields S.M.; Markides, K.E. y Lee, M.L. *J. Chromatogr.* 1987, 406, 223.
9. Fjeldsted, J.C.; Jackson, W.P.; Peaden, P.A. y Lee, M.L. *J. Chromatogr. Sci.*, 1983, 21, 222.
10. Fields, S.M.; Kong, R.C.; Lee, M.L.; Peaden, P.A., *J. High Resolut Chromatogr. Chromatogr. Commun.* 1984, 7, 423.
11. Schwarth, H.E.; Barthel, P.J.; Moring, S.E. y Lauer, H.H. *LG-GC* 1987, 5, 201.
12. Peaden, P.A. y Lee, M.L. *J. Liquid Chromatogr.* 1982, 5, 179.
13. Van Wasen, J. y Schneider, G.M. *Chromatographia*, 1975, 8, 274.
14. Jackson, W.P., Tesis Doctoral. Brigham Young University, 1985, Provo, Utah, EE.UU.
15. Harvey, M.C., Stearns, S.D. y Avarette, J.P., *J. Liquid Chromatogr.* 1985, 3, 434.
16. Fjeldsted, J.C.; Richter, B.E. Jackson, W.P. y Lee, M.L. *J. Chromatogr.* 1983, 279, 423.
17. Fjeldsted, J.C.; Kong, R.C. y Lee, M.L. *J. Chromatogr.* 1983, 279, 449.
18. Markides, K.E.; Lee, E.D.; Bolick, K.E.; Lee, M.L. *Anal. Chem.* 1986, 54, 740.
19. Smith, R.D.; Felix, W.D.; Fjeldsted, J.C. y Lee, M.L. *J. Chromatogr.* 1982, 247, 231.
20. Smith, R.D.; Udseth, H.R. y Kalinoski, H.T. *Anal. Chem.* 1984, 56, 2971.
21. Smith, R.D.; Kalinoski, H.T. y Udseth, H.R. *Mass Spectrom. Rev.* 1988, 6, 445.
22. Smith, R.D. Felix, W.D.; Fjeldsted, W.D. y Lee, M.L. *Anal. Chem.* 1982, 11, 1883.
23. Games, D.E.; Berry, A.J.; Mylcreest, I.C.; Perkins, J.R., y Pleasance, S. *Europ. Chromatogr. News* 1987, 1, 10.
24. Huang, E.C.; Jackson, B.J.; Markides, K.E. y Lee, M.L. *Chromatographia*, 1988, 25, 51.
25. Olesik, S.Y.; French, S.B. y Novotny, M. *Chromatographia*, 1984, 9, 2971.
26. Morin, P. Caude, M. y Rosset, R. *J. Chromatogr.* 1987, 407, 87.
27. French, S. y Novotny, M. *Anal. Chem.* 1986, 58, 164.
28. Pentoney, S.L., Jr.; Schafer, K.H. y Griffiths, P.R. *J. Chromatogr. Sci.* 1986, 24, 230.
29. Pinkston, J.D.; Owens, G.D.; Burkes, L.J.; Delaney, T.E.; Milligton, D.S. y Maltby, D.A. *Anal. Chem.* 1988, 60, 962.
30. Chester, T.L. e Innis, D.P. *J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun.* 1986, 9, 209.
31. Rayner, M.W.; Bartle, K.D.; Davies, I.L. Williams, A.; Clifford, A.A.; Chalmers, J.M. y Cook, B.W. *Anal. Chem.* 1988, 60, 427.
32. Kalinoski, H.T.; Wright, B.W. y Smith, R.D. *Biomed Environ. Mass Spectrom.* 1988, 15, 239.
33. Kalinoski, H.T. y Smith, R.D. *Anal. Chem.* 1988, 60, 529.

34. Jackson, W.P. y Later, D.W. *J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun.* 1986, 9, 175.
35. Markides, K.E.; Fields, S.M. y Lee, M.L. *J. Chromatogr. Sci.* 1986, 24, 254.
36. White, C.M. y Houck R.C. *J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun.* 1985, 8, 293.
37. Later, D.W.; Richter, B.E.; Knowles, D.E. y Andersen, M.R. *J. Chromatogr. Sci.* 1986, 24, 249.
38. Rayner, M.W.; Kithinji, J.P.; Barthe, K.D. y Wilson, I.D. *J. Chromatogr.* 1988, 436, 497.
39. Wright, B.W. y Smith, R.D. *J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun.* 1986, 9, 73.
40. Schwartz, H.E. *LC-GC* 1986, 4, 639.
41. Schwartz, H.E. y Brownlee, R.G. *J. Chromatogr.* 1986, 353, 77.
42. Campbell, R.M.; Djordjevic, N.M.; Markides, K.E. y Lee, M.L. *Anal. Chem.* 1988, 60, 356.

* * *

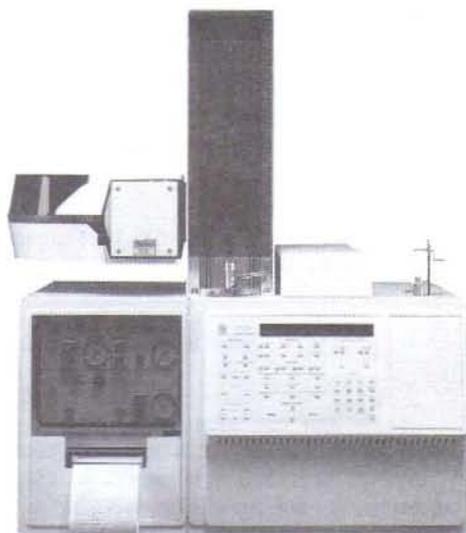


varian

CROMATOGRAFO DE GASES VARIAN 3600

LA SOLUCION INTELIGENTE A LA VERSATILIDAD

Desde ahora, todos los sistemas analíticos existentes en GC pueden ser incorporados en un sólo equipo:



Horno

- Gran volumen: 22 l.
- Capacidad hasta para 6 columnas.

Inyectores

- Hasta 6 simultáneamente:
- Capilar: split/splitless, on-column de temp. programable, on-column de temp. cte., megabore.
- Empaquetada: on-column y flash.

Detectores

- Hasta 4 simultáneamente.
- FID, ECD, TCD, TSD, FPD, PID y ECD.

Automatismo

- Inyector automático.
- Sistema de datos integrados (IBDH).
- Válvulas.
- Comunicación ordenadores y sistema de datos externos, etc.

Sistema neumático

- Termostatizado.
- Controladores electrónicos de flujo y presión.
- Fácil reconfiguración.

PRECIO EXCEPCIONAL. SENCILLISIMO MANTENIMIENTO

En España con la garantía **CHEMICONTROL**
Avda. Filipinas, 46 - 28003 MADRID - Tel. 91/254 66 77/78

Cromatografía líquida-espectrometría de masas. Aplicaciones en estudios de neuroquímica y metabolismo de lípidos*

Emilio Gelpí, Ph. D.

Departamento de Neuroquímica, CID-CSIC, Barcelona

La técnica combinada de cromatografía líquida-espectrometría de masas (CL-EM) con interfase de termopulverización (Thermospray, TSP) se está convirtiendo en un método muy ventajoso para compatibilizar las condiciones de alto vacío que rigen en el espectrómetro de masas y los volúmenes relativamente elevados de eluyente acuoso a la salida de una columna convencional de fase inversa. Esta interfase acepta sin problemas flujos de 1 a 1.5 ml/min y a la vez actúa como un nuevo método de ionización en sí mismo, de forma que puede operarse sin filamento en la fuente de iones.

Los eluyentes procedentes de la columna de CL, que contienen un tampón volátil como el acetato amónico, se introducen en la fuente de ionización del EM a través de una sonda capilar calorifugada. El acetato amónico actúa a la vez como electrolito, proporcionando las cargas necesarias para inducir la ionización de los solutos. El calor aplicado se ajusta de tal forma que sólo se vaporiza dentro del capilar un máximo de un 95% del caudal de fase móvil. Los solutos no volátiles separados por la columna se concentran en la fracción no vaporizada de fase móvil, la cual por efecto del incremento de presión del vapor generado en el interior del capilar es pulverizada hacia el interior de la fuente de iones de TSP. Los iones generados por el acetato amónico que se distribuyen en la superficie de las finas gotas del líquido pulverizado son expulsados por efecto de campo eléctrico a medida que el proceso de evaporación va reduciendo el tamaño de las gotas. En el proceso, los solutos se ionizan de forma parecida a la ionización química en el sentido de que se obtienen principalmente iones $(M+H)^+$ y aductos entre el acetato amónico o modificador orgánico de la fase móvil y el soluto $[(M+NH_4)^+ \text{ o } (M+\text{metanol})^+]$.

La técnica resulta adecuada en estudios neuroquímicos sobre el metabolismo y función de indoles y otros productos neuroactivos (1). Por ejemplo, los neurotransmisores serotonina y GABA pueden determinarse por CL-EM/TSP en homogenados de cerebro de rata mientras que en extractos de muestras de orina en acetato de etilo es posible analizar directamente, sin ulterior manipulación de la muestra, el contenido en ácidos indólicos como el indolacético, el 5-hidroxiindolacético, el indol propiónico o el indolpirúvico. También hemos obtenido buenos resultados con fármacos psicoactivos, tales como la imipramina y la clomipramina (1) habiéndose alcanzado límites de detección de entre 10 y 100 picogramos por registro selectivo de los iones correspondientes a las especies $(M+H)^+$.

*Extracto de la conferencia pronunciada en las IV JAI (Barcelona, 1987). Ha sido recogido en la revista "Técnicas de Laboratorio".

Asimismo, la técnica se ha utilizado para la determinación de prostaglandinas (2) en muestras biológicas con buenos resultados en cuanto a sensibilidad de respuesta siempre y cuando las prostaglandinas hayan sido previamente metiladas (3); en este caso los límites de detección se sitúan para los éteres metílicos entre los 100 y 500 picogramos mientras que la respuesta de las prostaglandinas libres es mucho menor debido al predominio de procesos de deshidratación intramolecular favorecidos por el grupo carboxílico libre. La técnica de CL-EM/TSP se ha aplicado recientemente en nuestro laboratorio a la determinación de prostaglandinas en mucosa gástrica de rata (3). En comparación con los métodos normalizados de cromatografía de gases-espectrometría de masas es posible obtener resultados similares por CL-EM/TSP, pero en una fracción del tiempo necesario por CG-EM ya que los solutos no precisan en la mayoría de los casos de complejos procesos de derivatización y manipulación de la muestra.

Sin embargo, en nuestra experiencia, cuando el soluto está presente en una cantidad relativamente baja respecto al resto de iones que forman el plasma de TSP en la fuente de iones, la respuesta obtenida depende mucho los efectos de enmascaramiento ("quenching") de la ionización. Por ejemplo, nosotros hemos observado que la respuesta de una cantidad fija de ácido indolacético puede quedar reducida al 50% si dicho ácido se co-ioniza en la interfase en presencia de tan sólo 0.2 μ l de orina humana (4). Por ello, un nivel elevado de ruido de fondo derivado de la composición del eluyente o de los iones producidos por otros solutos no resueltos de la matriz de la muestra, tendería a enmascarar la respuesta de aquellos solutos presentes en cantidades muy pequeñas y con escasa afinidad por protones. Para superar este efecto recientemente hemos optado por un enfoque no convencional consistente en no utilizar acetato amónico en aquellos casos en los que el soluto de interés puede ionizarse fácilmente en medios acuosos. De esta forma se simplifica significativamente la composición del plasma de TSP disminuyendo drásticamente la abundancia del ruido de fondo. Como resultado se han conseguido niveles de detección de 200 a 300 picogramos para catecolaminas que en condiciones normales no producían suficiente respuesta (4).

REFERENCIAS

- 1.—F. Artigas y E. Gelpí, *J. Chromatogr.* 394, 123-143 (1987).
- 2.—J. Abián y E. Gelpí, *J. Chromatogr.* 394, 147-153 (1987).
- 3.—J. Abián, O. Bulbena y E. Gelpí, *J. Biomed. Environ. Mass Spectrom.* (En prensa).
- 4.—E. Gelpí, J. Abián y F. Artigas. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* (En prensa, nov. 1988).

* * *

Métodos de inyección de muestra en columnas capilares para cromatografía de gases

Marta Fernández Díaz

Instituto de Química Orgánica General, CSIC

La introducción de la muestra líquida en columnas capilares es uno de los principales problemas en cromatografía de gases. El sistema de inyección debe transferir a la columna una cantidad de muestra que no sobrepase su capacidad, rápidamente y sin que varíe su composición.

En los últimos años se han introducido nuevos sistemas de inyección de muestras, como el PTV (Programmed Temperature Vaporizer) y el denominado "on-column", y se han perfeccionado métodos ya existentes como el de división de flujo ("split") y el que interrumpe esta división durante la inyección ("splitless") (1).

La elección de un sistema de inyección adecuado es muy importante a la hora de realizar un análisis, y depende sobre todo de la muestra a analizar y de la precisión que requiere su determinación cuantitativa. Entre los problemas que pueden plantearse, según el sistema utilizado, destacan la discriminación en la aguja de la jeringa o en el inyector (2), la adsorción y la descomposición, que conducen a una transferencia incompleta, y la contaminación reversible o irreversible de la columna.

En este artículo se pretende dar una idea general de los métodos usados con mayor frecuencia ("split", "splitless", PTV y on-column), de modo que pueda servir de orientación a la hora de elegir un sistema u otro según el problema a analizar.

METODO DE INYECCION CON DIVISION DE FLUJO ("SPLIT")

Fue el primer método de introducción de muestra utilizado en columnas capilares.

Como su nombre indica se trata de una inyección en la que la muestra se "divide". La muestra vaporizada es conducida hacia la entrada por el gas portador; en una zona del inyector llamada "punto de división" se produce un reparto de la muestra de modo que sólo una pequeña parte (entre 0,3% y 20%) entra dentro de la columna mientras que el resto es expulsado por una salida situada en el fondo del inyector (3) (Fig. 1).

La función de la división es doble, ya que consigue la reducción del volumen de muestra que entra en la columna, evitando su sobrecarga, mientras que permite una elevada velocidad de gas portador en el inyector. La transferencia de muestra al interior de la columna es por tanto muy rápida dando lugar a bandas estrechas de disolvente (su anchura es igual al tiempo durante el cual la muestra entra en la columna).

Los métodos sin división dan lugar a bandas anchas, por lo que es necesario efectuar procesos de reconcentración, como veremos más adelante.

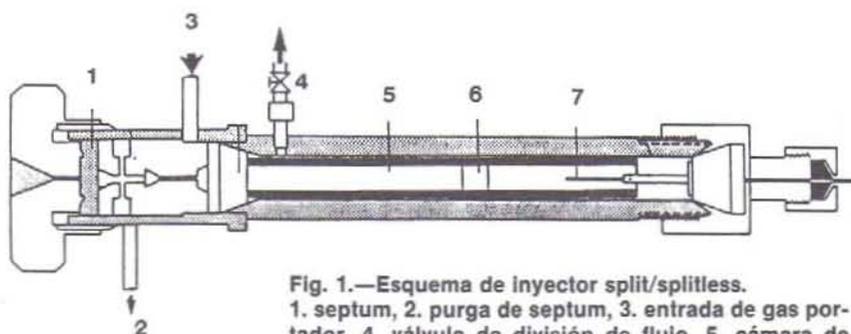


Fig. 1.—Esquema de inyector split/splitless.
 1. septum, 2. purga de septum, 3. entrada de gas portador, 4. válvula de división de flujo, 5. cámara de vaporización, 6. mezclador, 7. punto de división.

La proporción en que es dividida la muestra está determinada por la "relación de flujo"; es decir, la relación entre el flujo a la salida del divisor y el flujo a través de la columna a la temperatura que ésta presenta durante la inyección.

La relación de flujo se fija mediante el ajuste de la válvula de división y se mide mediante un flujómetro.

El problema principal con que se encuentra el usuario a la hora de realizar un trabajo con división de muestra es la cuantificación del análisis (3); los resultados obtenidos suelen ser deficientes pues a los errores debido a discriminaciones dentro de la aguja de la jeringa se adicionan los relacionados con el proceso de división, ya que los distintos componentes de la muestra problema pueden volatizarse con distinta velocidad y no ser divididos en la misma proporción. Esto es lo que se denomina "no linealidad" de la división (4).

Para que un proceso de este tipo se considere lineal debe cumplir las siguientes condiciones:

- El tamaño relativo de los picos debe ser idéntico a los valores obtenidos sin división y debe permanecer constante incluso al cambiar las condiciones (temperatura, relación de flujo...).

- Las áreas de los picos deben ser proporcionales a sus concentraciones en la muestra.

Sin embargo puede trabajarse con sistemas no lineales siempre que las condiciones de trabajo sean reproducibles, lo que permite hacer el calibrado necesario. Se recomienda el uso de patrones internos o normalizaciones más que el de patrones externos, pues para que el calibrado sea exacto tanto la mezcla patrón como la muestra problema deben ser divididas en idéntica proporción.

También hay que contar con que a causa de la pequeña cantidad de muestra que entra en la columna, este sistema de inyección tiene, en algunos casos, baja sensibilidad. Este problema puede reducirse trabajando con relaciones de flujo pequeñas.

METODO DE INYECCION CON INTERRUPCION DE LA DIVISION DE FLUJO ("SPLITLESS")

Es un método de inyección sin división de muestra. La válvula que controla la división se cierra antes de introducir la muestra por lo que el gas portador la transporta en su mayor parte al interior de la columna. Después se abre la válvula para purgar la muestra que ha quedado en el inyector, con un flujo similar al empleado en el método de división (5).

Al permitir la entrada de una cantidad relativamente elevada de muestra, la inyección sin división tiene mayor sensibilidad y hace posible con su uso el análisis de trazas.

Como se vio anteriormente, este método da lugar a bandas muy anchas (proporcionales al tiempo durante el cual la muestra está entrando en la columna). Por ello se han creado técnicas encaminadas a una reconcentración de estas bandas (6-10) denominadas:

- Crioenfoque (Cold Trapping)
- Efecto del disolvente

El crioenfoque consiste en un enfriamiento de la columna durante el período de inyección, seguido de su calentamiento para llevar a cabo el análisis. La diferencia de temperatura entre la inyección y la elución debe ser de al menos 80°C. Este enfriamiento y calentamiento causan a menudo líneas base inestables y picos fantasma, y ocasionan otros problemas en medidas isotermas, en las que se recomienda utilizar un método alternativo. Es independiente del punto de ebullición de solutos y disolvente.

El "efecto del disolvente" se obtiene cuando la temperatura de la columna durante la introducción de la muestra es más baja (al menos 20-30°C) que el punto de ebullición del disolvente, de modo que éste recondensa a la entrada de la columna; el disolvente concentrado y retenido por la fase estacionaria actúa como una barrera, retardando la migración del material de muestra. No influye en la separación de los solutos, ya que todos son retenidos un tiempo extra exactamente igual.

Con este mecanismo es necesario emplear un volumen mínimo de un microlitro.

El período durante el cual la división de flujo se encuentra interrumpida debe ser suficiente para que entre en la columna la mayor cantidad posible de muestra; sin embargo, tiempos muy elevados pueden dar lugar a un ensanchamiento de los picos.

El problema clave de este sistema de inyección es la transferencia de muestra del inyector a la columna (8) (11). Para aumentar la transferencia se recomiendan flujos de gas portador elevados durante el período sin división. Sin embargo, hay un factor que reduce en cierto modo el problema: la recondensación de los vapores a la entrada de la columna, que provoca una reducción del volumen en un factor mayor de 100. El vacío creado se llena rápidamente con más vapor de muestra que recondensa otra vez, por lo que en los primeros segundos entra más muestra de la que se considera posible en función de la velocidad del gas portador.

Otros problemas que pueden presentarse a la hora de la cuantificación son, al igual que con el método de división, la degradación de los solutos y la evaporación selectiva en la aguja de la jeringa (2). Si se requiere realizar un análisis cuantitativo lo más exacto posible conviene utilizar un patrón interno. Para que los resultados sean independientes de la porción de muestra transferida todos los solutos deben transferirse en la misma medida.

METODO DE INYECCION PTV (Programmed Vaporizer Temperature)

Es una técnica relativamente reciente que representa una versión modificada de la inyección de vaporización clásica (12) (13).

El fundamento es la inyección de la muestra en una cámara cerrada anterior a la columna, seguido de la transferencia de los vapores a la columna capilar. La vaporización de la muestra se lleva a cabo una vez retirada la aguja de la jeringa por calentamiento rápido del inyector.

La diferencia principal entre ésta y las técnicas de inyección anteriores es la introducción de la muestra en un inyector frío, además de una evaporación más homogénea lo que evita los inconvenientes ocasionados por el contacto de la muestra con la aguja caliente.

El inyector está diseñado de modo que permita la instalación de columnas con un diámetro externo entre 0,25 mm y 0,9 mm, pudiendo utilizarse para la inyección cualquier tipo de jeringas.

Este sistema permite los modos de inyección con o sin división en caliente, y además tres modalidades específicas (14) (15):

- 1) Inyección en frío sin división
- 2) Inyección en frío con división
- 3) Inyección en frío con evaporación de disolvente.

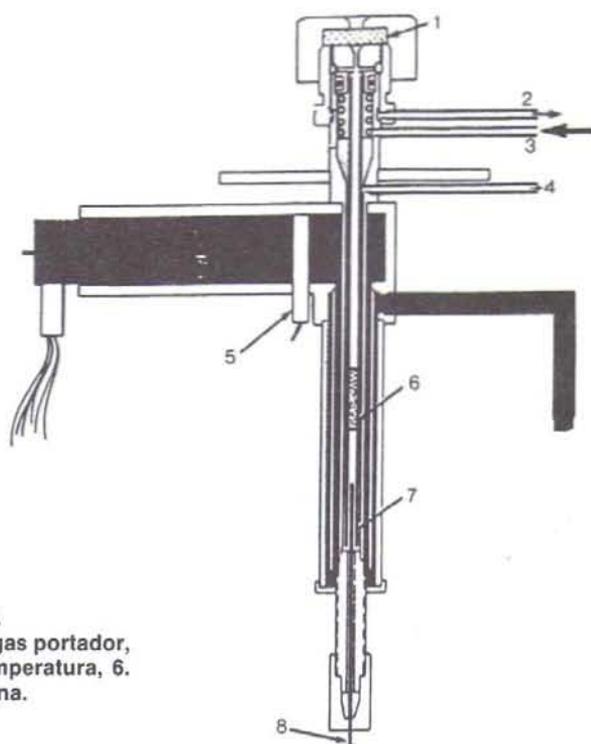


Fig. 2.—Esquema de inyector PTV.
1. septum, 2. purga de septum, 3. gas portador,
4. salida de flujo, 5. sensor de temperatura, 6.
relleno, 7. tubo de vidrio, 8. columna.

1) **Inyección en frío sin división:** la muestra es inyectada sin división en una cámara de vaporización a baja temperatura. Seguidamente el inyector es calentado rápidamente a la temperatura necesaria para la vaporización de la muestra: una vez que ésta ha sido transferida (período sin división) se pone en marcha el programa de calentamiento de la columna y se realiza la purga del inyector.

Los resultados obtenidos permiten sacar las siguientes conclusiones:

- La simetría de los picos cromatográficos es bastante buena.
- Incluso con pequeñas cantidades de muestra, del orden de picogramos, no aparecen efectos de absorción en el inyector (efecto que se daba en splitless clásico).

- Las sustancias de elevado peso molecular se eluyen bien.
- La caída del pico del disolvente se produce rápidamente permitiendo la detección de sustancias de bajo peso molecular, incluso a nivel de trazas.

Los resultados cuantitativos obtenidos son comparables a los de una inyección on-column, con una desviación en áreas menor de un 1%.

2) **Inyección en frío con división:** la muestra es introducida en un inyector frío, aumentando después la temperatura de la cámara de vaporización. Los vapores son divididos en dos porciones por el mecanismo expuesto en inyección con división; la porción menor entra en la columna.

Las limitaciones de este método son las referentes al análisis cuantitativo; sin embargo se ha observado que existe mucha menos discriminación que con el método split clásico, ya que evita la evaporación de la muestra en la aguja de la jeringa.

3) **Inyección en frío con evaporación de disolvente:** la muestra es inyectada en un inyector frío, con la válvula de división abierta; el disolvente es evaporado y expulsado del sistema por la válvula. Una vez evaporado todo el disolvente se cierra la válvula y se calienta el inyector, siendo transferida la muestra a la columna.

Como conclusión se puede decir que la inyección PTV permite el análisis de sustancias en un amplio rango de peso molecular, polaridad, volatilidad y concentración.

METODO DE INYECCION EN COLUMNA ("ON-COLUMN")

Fue sugerido por primera vez por Zlatkis y Walker en 1963 (16) y Desty en 1965 (17).

La muestra es introducida directamente en la columna. Aunque muchas veces la muestra se vaporiza instantáneamente en el interior de la columna caliente, también es habitual depositar la muestra sobre la columna fría, y programar luego la temperatura, lo que puede permitir la evaporación previa del disolvente.

En contrapartida, las impurezas no volátiles que pueda contener la muestra contaminan la cabeza de la columna. Las inyecciones en frío producen además, un notable ensanchamiento inicial de las bandas, al difundirse muestra y disolvente por la zona inicial de la columna (18).

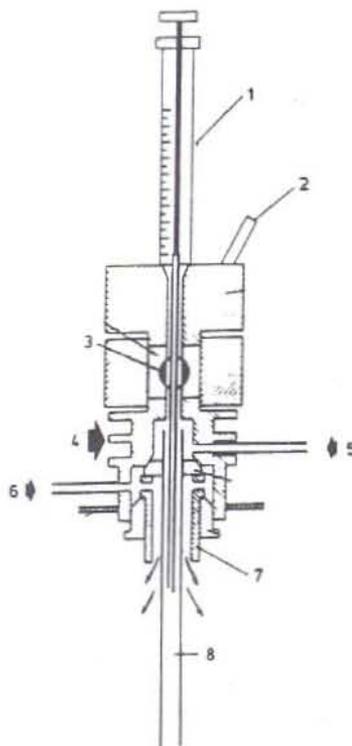
Para evitarlo se utilizan zonas de entrada sin recubrir de fase estacionaria o "retention gaps" que retienen gran parte de los subproductos y facilitan la reconcentración de la muestra (19).

Dada la baja capacidad de carga de las columnas capilares tradicionales, en esta modalidad de inyección es conveniente utilizar columnas con espesor de fase elevado, que suelen además estar inmovilizadas, lo que representa una ventaja adicional (en algunos casos el disolvente puede arrastrar algo de fase líquida). El diámetro mínimo de columna requerido suele ser 0,3 mm (20).

En análisis cuantitativo este método presenta grandes ventajas, ya que soslaya los problemas debidos a la división de muestra, o a su contacto con superficies metálicas.

Se ha utilizado con éxito en el análisis de productos lábiles o de alto punto de ebullición: triglicéridos, ceras, parafinas, drogas, productos biológicos...

Fig. 3.—Esquema de inyector "on-column".
 1. jeringa, 2. palanca de apertura y cierre de la válvula, 3. válvula rotatoria; 4, sistema de enfriamiento principal, 5. gas portador, 6. sistema de enfriamiento secundario, 7. refrigeración, 8. columna capilar.



BIBLIOGRAFIA

- (1) R. Jenking, W. Jennings, J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun. 6 (1983) 228.
- (2) K. Grob Jr., H.K. Neukom, J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun., 2 (1979) 15.
- (3) E. Bayer, G.H. Liu, J. Chromatogr. 256 (1983) 201.
- (4) L.S. Ettre, W. Averill, Anal. Chem. 33 (1961) 680.
- (5) F.J. Yang, A.C. Brown, III, S.P. Cram, J. Chromatogr. 158 (1978) 9.
- (6) "Sample introduction in capillary gas chromatography". Vol. I, P. Sandra, Ed. Huething, 1985.
- (7) K. Grob, K. Grob Jr., J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun., 1 (1978) 57.
- (8) R.J. Miller, W. Jennings, J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun., 2 (1979) 72.
- (9) L. Ghaoui, J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun. 11 (1988) 410.
- (10) K. Grob Jr., J. Chromatogr., 279 (1983) 225.
- (11) K. Grob Jr., A. Romann, J. Chromatogr., 214 (1981) 118.
- (12) F. Poy, Chromatographia, 16 (1982) 345.
- (13) F. Poy, S. Visoni, F. Terrosi, J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun., 5 (1982) 355.
- (14) E. Loyola, M. Herráiz, G. Reglero, P. Martín-Alvarez, J. Chromatogr., 398 (1987) 53.
- (15) G. Reglero, M. Herráiz, T. Herráiz, E. Loyola, J. Chromatogr., 438 (1988) 243.
- (16) A. Zlatkis, J.Q. Walker, J. Gas Chromatogr. 1 (1963) 9.
- (17) D.H. Detsy, Advan. Chromatogr., 1 (1965) 218.
- (18) K. Grob, K. Grob Jr., J. Chromatogr., 151 (1978) 331.
- (19) K. Grob Jr., R. Müller, J. Chromatogr., 244 (1982) 185.
- (20) G. Schomburg, H. Husmann, R. Rittman, J. Chromatogr. 204 (1981) 85.

Escogiendo la jeringuilla adecuada

J. Luis Lopesánchez
Delta Científica, S.A.

Este pequeño trabajo, pretende ayudar al principiante en cromatografía, a escoger el tipo adecuado de jeringuilla, dentro del abrumador número de marcas y modelos existentes en el mercado.

El volumen

Es importante escoger el volumen adecuado. El volumen de la muestra debe ser lo más exacto posible al volumen de la jeringuilla.

Para muestras líquidas, esto significa:

Para muestras de hasta	1 μ l =	volumen de la jeringuilla de	1 μ l.
" "	1 a 5 μ l =	" "	5 μ l.
" "	5 a 10 μ l =	" "	10 μ l.
" "	10 a 50 μ l =	" "	50 μ l.

y así sucesivamente.

Para muestras gaseosas:

Para muestras de hasta	50 μ l =	volumen de la jeringuilla de	50 μ l.
" "	50 a 100 μ l =	" "	100 μ l.
" "	100 a 250 μ l =	" "	250 μ l.

¿Gas o líquido?

Todas las jeringuillas pueden ser usadas para muestras líquidas; también las llamadas gas-jeringuillas. Esto significa que para muestras líquidas el volumen puede ir desde 0,5 μ l hasta 500 μ l. Sólo las "gas-tight" jeringuillas deben ser usadas para muestras gaseosas, lo cual significa jeringuillas con el extremo del émbolo de Teflon. Hay jeringuillas tan pequeñas como de 5 μ l, que tienen extremo de émbolo de Teflon, que pueden ser usadas para muestras gaseosas, aunque están hechas para inyección de muestras líquidas.

Inercia

En la mayoría de las jeringuillas, la muestra entra en contacto con el metal de la aguja y del émbolo. Esto puede ser un problema, para ciertas muestras, pero desgraciadamente, no hay solución.

Se puede resolver, con agujas de sílice fundida, pero entonces se requiere sistema de inyección on-column, que no tiene septum, o un sistema de inyección con válvula Valco.

Soporte del émbolo

Las jeringuillas con volumen de 25 μ l o más, no necesitan soporte del émbolo, ya que éste es suficientemente robusto. Pero si la jeringuilla es de 5 μ l y 10 μ l, cuando el operador es inexperto, puede doblarse el émbolo. Entonces, existen jeringuillas con soporte del émbolo, que puede ser de dos tipos:

- un "extended barrel", extensión del cilindro, hecho de vidrio o metal.
- un "plunger support", accesorio externo, que protege el émbolo.

Agujas

Una aguja recambiable, tiene la ventaja de que puede cambiarse cuando se dobla. Sin embargo se ven muchos más émbolos torcidos, que agujas dobladas. Así que preferimos usar jeringuillas con aguja fija, excepto para el caso de jeringuillas de 25 μl y mayores. Además las agujas fijas, son mejores para trabajo cuantitativo.

El ángulo típico de las agujas para cromatografía gaseosa, permite penetrar el séptum y suele ser de 22°, al contrario de las agujas para cromatografía líquida, que no tienen punta, sino que está cortada la punta a 90°.

Resumen

- Si el operador no tiene mucha experiencia o no tiene largas manos, debería usar la jeringuilla de 10 μl con un émbolo reforzado.
- Para un operador con experiencia, resulta más económico, una jeringuilla con aguja fija y con émbolo sin reforzar.
- Debe escogerse bien el volumen adecuado de la jeringuilla, en virtud de lo expuesto anteriormente.
- Hay que lavar bien la jeringuilla. Lavar tres veces con un disolvente, a veces no es bastante para un trabajo sensible.

* * *

Calendario de actividades

10º Simposio Internacional sobre Cromatografía Capilar

Tendrá lugar en Riva del Garda (Italia) del 22 al 25 de mayo de 1989.

El programa científico versará sobre aspectos básicos y prácticos de cromatografía capilar de gases y líquidos, cromatografía de fluidos supercríticos y cromatografía electrocinética, incluyendo conferencias, comunicaciones, carteles, sesiones de discusión sobre temas de interés y sesiones de trabajo dedicadas a los últimos avances instrumentales en cromatografía capilar.

Quienes deseen participar deberán enviar el resumen (300 palabras) antes del próximo 15 de diciembre y el texto completo, listo para reproducción directa, antes del 1 de febrero. La publicación se hará en el *Journal of High Resolution Chromatography and Chromatography Communications*.

Tendrá lugar también una exposición de material científico relacionado con la cromatografía capilar.

Para solicitar más información, o recibir la segunda circular, puede escribirse a:

Dr. Pat Sandra, Laboratory for Organic Chemistry, University of Gent, Frislaan 281 (94), B-9000 Gent, Bélgica.

El GCTA y la empresa CES Analítica, S.A. cooperarán en la puesta en marcha de un viaje organizado a este congreso, del que más adelante nuestros socios recibirán más noticias. Todos aquellos interesados en obtener información directa pueden dirigirse a la secretaria del GCTA: Joan Grimalt Obrador, Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC), Jordi Girona Salgado, 18-26, 08034 Barcelona, o bien a: Juan Solé Ribalta, CES Analítica, S.A., tels. (93) 210 52 03 y (93) 214 54 69.

13º Simposio sobre Cromatografía de Líquidos

Tendrá lugar en Estocolmo, del 25 al 30 de junio de 1989.

Programa científico: la conferencia inaugural será impartida por el profesor Knox sobre el tema "Tendencias futuras en la Ciencia de la Separación". Las conferencias, comunicaciones, carteles y sesiones de discusión cubrirán, además de los aspectos actuales de la cromatografía de líquidos, campos relacionados, como la cromatografía de fluidos supercríticos, electroforesis capilar y FFF.

Se efectuará simultáneamente una exposición de instrumentos.

Para más información, dirigirse a:

Stockholm Convention Bureau, CLC 89, Box 6911, S-102 39 Stockholm, Suecia, Telf. 46-8-23 09 90, Télex 8-11556, Fax 46-8-34 84 41.

6º Simposio sobre Cromatografía de Iones

Tendrá lugar en Sils-Maria, cerca de Saint Moritz (Suiza), del 9 al 12 de abril de 1989.

Se consideran temas de interés columnas, nuevos principios de detección, enriquecimiento de trazas y procedimientos de extracción de iones en matrices complejas, mecanismos de separación y nuevas áreas de aplicación para análisis de iones orgánicos e inorgánicos en muestras ambientales, biológicas e industriales.

Para más información escribir a:

Prof. Dr. R.W. Frei, Free University, Department of Analytical Chemistry, De Boelelaan 1083, 1081 HV Amsterdam, Holanda.

Reunión Internacional de Química Analítica

Tendrá lugar en Cambridge (Reino Unido), del 30 de julio al 5 de agosto de 1989.

El programa científico cubrirá todos los aspectos de la Química Analítica. Los títulos de las conferencias plenarias son:

“Enhancement of Instrumental Analysis by Field Flow Fractionation”, por el profesor J. Ruzicka, de la Universidad de Washington.

“Practical applications of an understanding of chiral recognition requirements”, por el profesor W.H. Pirkle, de la Universidad de Illinois.

“Evolutions in Chemometrics”, por el profesor G. Kateman, de la Universidad Católica de Nimega, y

“Light and life. Some recent applications of Chemiluminescence and Enzymes in Analytical Chemistry”, por el profesor A. Townsend, de la Universidad de Hull.

Para más información, escribir a:

Mr. G.M. Telling, SAC 89 Scientific Programme Co-ordinator, c/o Analytical Division, Royal Society of Chemistry, Burlington House, London W1V 0BN, Gran Bretaña.

6º Simposio Internacional sobre Cromatografía Preparativa

Tendrá lugar en Washington, del 8 al 10 de mayo de 1989.

Para más información escribir a:

Mrs. Janet Cunningham, “Prep-89 Symposium Manager”, Barr Enterprises, P.O. Box 279, Walkersville, MD 21793, USA.

Reunión de Pittsburg sobre Química Analítica

Tendrá lugar en el Georgia World Congress Center, de Atlanta, del 6 al 10 de marzo de 1989.

Para más información, escribir a:

Linda Briggs, 437 Donald Road, Pittsburg, PA 15235, USA.

2ª Reunión Internacional sobre Ciencia y Tecnología de la Separación

Tendrá lugar en Hamilton (Ontario), del 1 al 4 de octubre de 1989.

Para más información escribir a:

V. Lakshmanan, Ontario Research Foundation, Mississauga, Ontario L5K 1B6, Canadá.

I Jornadas Ibéricas de Plantas Medicinales, Aromáticas y de Aceites Esenciales

Tendrán lugar en Madrid, del 12 al 14 de julio de 1989. Están organizadas por el Instituto Nacional de Investigaciones Agrarias y el Laboratorio Nacional de Engenharia e Tecnologia de Lisboa.

El programa científico constará de conferencias plenarias, comunicaciones orales y carteles sobre: I. Agricultura y Botánica. II. Química y Tecnología. III. Análisis y Control de Calidad. IV. Aplicaciones.

Inscripciones: fecha límite sin recargo, 31 de marzo de 1989; cuota de participación, 25.000 pesetas, y cuota de acompañante, 5.000 pesetas.

Lugar de celebración: Instituto Nacional de Investigaciones Agrarias, José Abascal, 56, Madrid.

Idiomas: español, portugués, inglés y francés.

Información e inscripciones:

Enrique Fajó Algarate, INIA, José Abascal, 56, 28006 Madrid, Teléf. 442 67 98, Télex 48989 INIA, Telefax 442 35 87.

Algunas publicaciones de miembros del GCTA

En este número se ha iniciado un nuevo sistema de recogida de información, que pretende ampliar al máximo la lista ofrecida. La mayor parte de las publicaciones que figuran a continuación se han obtenido a partir de los índices del Analytical Abstracts; otras muchas han sido remitidas por sus autores, a los que agradecemos calurosamente su colaboración. En números sucesivos se utilizarán otras bases de datos, con el fin de conseguir mayor actualidad en las fechas y ampliar la cobertura. Así pues, a partir de ahora, sería interesante que aquellos socios cuyas publicaciones no aparezcan recogidas en esta sección, nos lo hagan saber, con objeto de mejorar el sistema de búsqueda.

Prediction of GC retention indices on binary mixed stationary phases.

E. Fernández Sánchez, J.A. García Domínguez, J. García Muñoz, V. Menéndez, M.J. Molera, An. Quim. Ser. A, 83, 56 (1987).

Mixed Stationary phases in gas chromatography. Replication of methyl phenyl silicone fluids.

E. Fernández Sánchez, J.A. García Domínguez, J. García Muñoz, An. Quim. Ser. A, 83, 59 (1987).

GC behaviour of several p-quinones.

A. Llobera, A. García Raso, J. Chromatogr. 393, 305 (1987).

Method for classification and selection of stationary phases in gas chromatography.

J.A. García Domínguez, J. García Muñoz, V. Menéndez, M.J. Molera, J.M. Santiuste, J. Chromatogr. 393, 209 (1987).

Determinig inorganic anions in the atmosphere by ion-exchange chromatography.

N. Ferrer, J.J. Pérez, Int. J. Environ. Anal. Chem. 27, 273 (1986).

Determination and persistence of amazilil in post harvest-treated apples during cold-storage.

M.P. Cano, J.L. de la Plaza, L. Muñoz-Delgado, 19, 283 (1987).

HPLC method for determination of carbamic herbicides in formulated products.

A. Peña Heras, F. Sánchez Rasero, J. Liquid Chromatogr. 9, 3357 (1986).

Determinación de herbicidas carbámicos por HPLC. IV. Karbutilato.

A. Peña Heras, F. Sánchez Rasero, Quim. Anal. 5, 203 (1986).

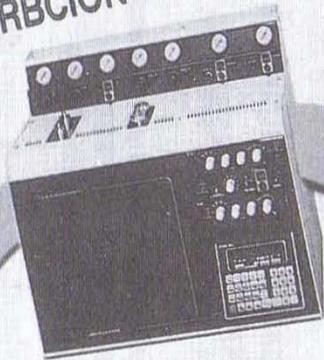
Determination of 2,3-dinor-6-oxoprostaglandin F_{1α} in urine samples by LC and radioimmunoassay.

J. Casas, J. Roselló, E. Gelpí, F. Guarner, J. Quiroga, I. Colina, J. Prieto, J. Chromatogr. 56, 317 (1986).

K LA CROMATOGRAFIA

CONCENTRACION DE VOLATILES

- ESPACIO DE CABEZA
- DESORBCION TERMICA



ESPACIO DE CABEZA DINAMICO
ESPACIO DE CABEZA ESTATICO
... EN CIRCUITO CERRADO

ORDENADORES KONIK®

TAMBIEN SOMOS COMPATIBLES...
...INCLUSO CON LA
CROMATOGRAFIA!!

SOFTWARE ESPECIFICO PARA CROM...

KONIK KNR 500 UN NUEVO CONCEPTO DE MODULO

INYECCION
 - MANUAL
 - CARRUSEL
 - REPETITIVA
 - MICROBORE

**SISTEMA DE
DESIGASIFICACION**

GRADIENTES
 • BINARIOS
 • TERNARIOS
 • CUATERNARIOS

**COMPARTIMENTOS
DE COLUMNAS
TERMOSTATIZADO**



VERSIONES
 - ISOCRATICO BASICO
 - ISOCRATICO CON SELECCION
 DE DISOLVENTES
 - GRADIENTES PROGRAMABLES

DETECTORES

- UV-FILTROS
- UV-VIS DOBLE HAZ
- UV-VIS PROGRAMABLES
- INDICE DE REFRACCION
- FLUORESCENCIA
- CONDUCTIVIDAD
- ELECTROQUIMICO
- FOTODIODOS
- ESPECTROMETRIA DE MASAS

KONIK

- ARCHIVO DE CROMATOGRAMAS
- REPROCESADO
- COMPARACION EN PANTALLA
- EXPANSION
- SUMA-RESTA

- MONOCANAL
- BICANAL
- MULTICANAL
- MODULARIDAD TOTAL
- MULTIPLES CONFIGURACIONES

KONIK

**SOMOS
ESPECIALISTAS
¡¡¡CONSULTENOS!!!**

KONIK[®] INSTRUMENTS, S.A.

28020 MADRID • Rosario Pino, 18
Tels. (91) 279 44 44 - 571 67 84

08190 SANT CUGAT DEL VALLES (Barcelona)
Ctra. Cerdanyola, 65-67 • Tel. (93) 674 32 50
Télex: 59 199 • Apdo. 136 • Fax: 674 41 50

Prediction of Kovats retention index of standard alcohols on stationary phases of different polarity.

J. Bermejo, M.D. Guillén, *Anal. Chem.* 59, 94 (1987).

Comparison of NIOSH and AIA methods for evaluating asbestos fibers: effects of asbestos type, mounting medium and counting rules.

E. González Fernández, F.R. Martín, *Ann. Occup. Hyg.* 30, 397 (1986).

Utilization of flash chromatography for the fractionation of coal-derived lipids.

S.R. Fernández Moinelo, R. Menéndez, J. Bermejo, *Chromatographia* 23, 179 (1987).

El problema de la determinación del volumen muerto en la definición de una escala de índices de retención en cromatografía líquida de fase inversa.

L. Margarit Roig, A. Díaz Marot, M. Gassiot Matas, *Afinidad* 43, 525 (1986).

Determination of clobazam and its N-demethyl metabolite in serum of epileptic patients.

M.I. Arranz Peña, E. Sánchez Lope, *J. Clin. Chem. Clin. Biochem.* 24, 647 (1986).

Medida de la polución del aire. V. Técnicas instrumentales.

M. Sánchez Sánchez, J. Losada del Barrio, E. Muñoz Camacho, M. Paz Castro, *Ing. Quím.* 18, 97 (1986).

Retention of organic ligands on anionic and non-ionic resins: application to separation and preconcentration of metal ions.

M.L. Marina, V. González, A.R. Rodríguez, *Microchem. J.* 33, 275 (1986).

HPLC determination of tri-allylate residues in soils.

A. Peña Heras, F. Sánchez Rasero, *J. Chromatogr.* 358, 302 (1986).

Quantitation of total versus selected polychlorinated biphenyl congeners in marine biote samples.

C. Porte, D. Barceló, J. Albaigés, *J. Chromatogr.* 442, 386 (1988).

Analysis of hydrocarbons in aquatic sediments. II. Evaluation of common preparative procedures for petroleum and chlorinated hydrocarbons.

M. Aceves, J. Grimalt, J. Albaigés, F. Broto, L. Comellas, M. Gassiot, *J. Chromatogr.* 436, 503 (1988).

Effect of storage on changes of carbohydrate and protein fractions of milks submitted to different thermal treatments.

N. Corzo, M. Ramos, A. Olano, M.M. Calvo, L. Amigo, I. Martínez Castro, *Chem. Mikrobiol. Technol. Lebensm.* 11, 175 (1988).

Spectrophotometric determination of paraquat with tetraiodobismuthate in the presence of gum arabic (acacia).

P. Yáñez Sedano, L.M. Polo Díez, *Talanta* 33, 745 (1986).

Determination of dissolved Al in natural and waste waters by AAS and fluorimetry.

F. Hernández Hernández, J. Medina Escriche, J.V. Martín Prats, *Analisis* 14, 181 (1986).

Bioanalytical aspects on method validation.

E. Gelpí, *Life Sci.* 41, 849 (1987).

Prostaglandin levels in infertile patients affected by Azthreozospermia and prostatitis.

R. Freixa, J. Roselló, I. Ramis, J. Obian, O. Bulbena, M. Brassesco, E. Gelpí, *Prostaglandins, Leukotriens and Essential Fatty Acids* 31, 41 (1988).

Determination of flunarizin in plasma by a new HPLC method. Application to a bioavailability study in the rat.

X. Aparicio, J. Gras, A. Campos, E. Fernández, E. Gelpí, *J. Pharm. Biomed. Anal.* 6, 167 (1988).

HPLC-fluorescente detection method for endogenous γ -aminobutyric acid validated by MS.

C. Suñol, F. Artigas, J.M. Tusell, E. Gelpí, *Anal. Chem.* 60, 649 (1988).

Determination of oxidation products of N-phenyl linoleamide: spanish toxic oil syndrome studies.

A. Cardenas, J. Abian, O. Bulbena, J. Roselló, E. Gelpí, E. Rodríguez-Farré, *Neuropharmacology*, 27, 677 (1988).

Regional brain concentration of GABA, serotonin and noradrenaline at inset of seizures induced by lindane (γ -hexachlorociclohexane).

C. Suñol, J.M. Tusell, E. Rodríguez-Farré, *Neuropharmacology* 27, 677 (1988).

Convulsant effect of lindane and regional brain concentration of GABA and dopamine.

C. Suñol, J.M. Tusell, E. Gelpí, E. Rodríguez-Farré, *Toxicology* 49, 247 (1988).

Preparation of fatty acids methyl esters by direct transesterification of lipids with aluminium chloride-methanol.

R. Segura, *J. Chromatogr.* 441, 99 (1988).

* * *

Noticias del GCTA

REUNION ANUAL

Los pasados días 26 y 27 de setiembre, y en el marco de la XXII Reunión Bienal de la Real Sociedad Española de Química, tuvo lugar la preceptiva reunión anual. El programa siguió las pautas del avance publicado en el anterior boletín. A pesar de los cambios de última hora, las sesiones transcurrieron con animación. Se pronunciaron dos conferencias plenarias: "Contribución de las técnicas cromatográficas al desarrollo de fármacos y a la detección de drogas de abuso", por R. de la Torre, del Instituto Municipal de Investigaciones Médicas de Barcelona, y "Caracterización de proteínas y peptidos por cromatografía de líquidos con detección especial por fotodiodos", por E. Méndez, del Centro Ramón y Cajal. Se presentaron un total de 14 comunicaciones orales y 19 carteles.

ASAMBLEA ANUAL

Se celebró en Barcelona el pasado 26 de setiembre, coincidiendo, como es costumbre, con la reunión anual.

El presidente saliente, Luis Gascó, informó a los presentes sobre la colaboración establecida con la Sociedad Española de Química Analítica, que se espera sea fructífera para ambas partes. Hizo también especial mención del Congreso Latinoamericano de Cromatografía (COLACRO) y de las dificultades que plantea la cooperación con las sociedades del otro lado del Atlántico.

La secretaria saliente, Marta Herráiz, comunicó en su informe que en el último año se han producido 31 altas y 19 bajas, siendo el número actual de socios de 423, y de 16 el de empresas colaboradoras. De las quince becas de asistencia a la reunión solicitadas, solamente se concedieron diez, debido a que cinco de los solicitantes no participaban en el Simposio de Cromatografía.

A continuación la tesorera, Elena Fernández, presentó su informe de ingresos y gastos del año anterior, que mostró un amplio superávit.

Acto seguido, y mientras la mesa electoral, constituida por J.A. García Domínguez (socio más antiguo) y Francesc Carrera (socio más reciente), terminaba el recuento de votos, se debatieron entre los presentes algunos temas de interés, como el lugar de la próxima reunión (que no se decidió aún), la posible organización de un congreso internacional, etc.

Finalmente y concluido el escrutinio de los 83 votos emitidos, resultaron elegidos los siguientes candidatos:

Presidente: Emilio Gelpí Monteys. Vicepresidentes: Manuel V. Dabrio y M. Teresa Galcerán. Vocales: Marta Herráiz, Luis Gascó, Xavier Guardino, José M. Sicilia y Juan Solé Ribalta.

LA NUEVA JUNTA DE GOBIERNO

Emilio Gelpí, presidente, es jefe de la Unidad de Neuroquímica del Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC) de Barcelona. Es uno de los miembros más antiguos del GCTA, habiendo ocupado la vicepresidencia del mismo desde 1986.

M.V. Dabrio, vicepresidente, es jefe de la Unidad de Análisis Instrumental del

Instituto de Química Orgánica General (CSIC) de Madrid. Es miembro fundador del GCTA y ocupó la presidencia desde 1980 a 1984.

M. Teresa Galcerán, vicepresidenta, es profesora titular del Departamento de Química Analítica de la Universidad de Barcelona.

Joan Grimalt Obrador, secretario, es colaborador científico del Centro de Investigaciones y Desarrollo (CSIC) de Barcelona. Ha sido vocal del GCTA desde 1984 a 1988.

Elena Fernández Sánchez, tesorera, pertenece al Instituto Rocasolano (CSIC) de Madrid y ocupa su cargo actual desde 1986.

Marta Herráiz Carasa, vocal, pertenece al Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC) de Madrid y ha desempeñado el cargo de secretaria de 1984 a 1988.

Luis Gasco, vocal, del Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (CIEMAT). Ha ocupado la presidencia durante los últimos cuatro años.

Luis Comellas, es profesor del Instituto Químico de Sarriá; Xavier Guardino, pertenece al Servicio de Higiene y Seguridad en el Trabajo de Barcelona; José M. Sicilia, trabaja en los laboratorios Contox, habiendo sido tesorero del GCTA de 1978 a 1982, y Joan Solé Ribalta, presta sus servicios en la empresa CES Analítica, S.A.

REUNION DE LA JUNTA DIRECTIVA

Tuvo lugar en Barcelona el pasado día 13 de octubre. De acuerdo con el informe del presidente, existe un acuerdo general acerca de la necesidad de potenciar las actividades del Grupo. El hecho de que, en general, se utilicen las técnicas cromatográficas desde un punto de vista aplicado, dificulta el desarrollo de áreas de interés común entre los usuarios. Ello sugiere la necesidad de potenciar áreas de actividad específica (biomedicina, medio ambiente, toxicología, alimentación, etc.), donde el intercambio de información acerca de los avances en la utilización de técnicas sea más fluido.

Después de una discusión pragmática sobre el relanzamiento del Grupo, se acordaron una serie de acciones referentes a:

- Boletín: creación de nuevas secciones y ampliación de otras, inclusión de ofertas de trabajo, nuevos cauces de difusión, nombramiento de X. Guardino como corresponsal en Barcelona.

- Reunión anual: inclusión de conferencias sobre temas específicos que se incluirían en sesiones de comunicaciones también específicas, mesas redondas, potenciación de las exposiciones instrumentales, nuevos planteamientos de la discusión de los carteles. También se acordó iniciar los pasos oportunos para tratar de celebrar la próxima reunión anual en Tarragona.

- Relaciones con otras sociedades: desarrollo de contactos e intercambios con sociedades y grupos similares en Europa, continuación de los contactos iniciados en la Reunión de Barcelona de 1987 con la Sociedad Española de Química Analítica, participación del Grupo en la organización del simposio sobre "Detection in HPLC and FIA" que tendrá lugar en Córdoba en 1989 y en el 2º Simposio Internacional sobre "Applied Mass Spectrometry in the Health Sciences" que se celebrará en Barcelona en abril de 1990.

- Grupos locales: se encareció la formación y desarrollo de actividades, para lo cual la junta directiva prestará toda la ayuda necesaria, y se propuso la organización de seminarios y cursos de especialización.

MERCK/HITACHI HPLC SYSTEM

NUEVA GENERACION DE SISTEMAS HPLC MERCK/HITACHI



- Sistemas modulares extremadamente compactos y versátiles: Nuevos diseños en bombas, detectores y organizadores.
- Automatización total.
- Ampliación de la gama de detectores: UV-VIS L-4200.
- Sencillez de manejo.

BOMBA "INTELIGENTE" L-6200

- Capacidad de trabajo autónoma.
- Formación de gradientes en alta y baja presión.
- Diseño hidrodinámico: Bomba autopurgante que evita la formación de burbujas.



MERCK

IGODA, S.A.

Mollet del Vallés (Barcelona)
Apdo. de Correos 47
Ctra. N-152, Km. 19
Tels. (93) 593 31 04 - 593 07 50
Télex 52 824 merck e

CHROMATOGRAPHY
MERCK

LiChroGraph™

GRUPO LOCAL DE BARCELONA

Ha organizado dos mesas redondas. La primera de ellas, "Avances y perspectivas de futuro de la espectrometría de masas en el marco de la investigación a nivel nacional", tuvo lugar en el salón de actos del Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC) el 24 de marzo pasado. Actuó como coordinador E. Gelpí, del Dpto. de Neuroquímica del CID, y como ponentes J.L. Abbud, del Instituto Rocasolano de Madrid (Resonancia ciclotrónica de iones), J. Rivera, del Dpto. de Química Ambiental del CID (MS-MS: aplicaciones y posibilidades), C. Celma, de la Facultad de Química de la Universidad de Barcelona (Utilización de la Técnica de FAB con espectrometría de masas de cuadrupolo) y D. Barceló, del Dpto. de Química Ambiental del CID (Cromatografía líquida-espectrometría de masas en Química Ambiental).

La segunda: "Técnicas de preparación de muestras en cromatografía" tuvo lugar en la Facultad de Química de la Universidad de Barcelona, actuando como coordinadora M^a T. Galcerán, del Dpto. de Química Analítica, y como ponentes, J.M. Bayona, del Dpto. de Química Ambiental del CID (Técnicas de muestreo y preconcentración en muestras ambientales), F. Centrich, del Servicio de Química del Laboratorio Municipal de Barcelona (Preparación de muestras para cromatografía en análisis de alimentos) e I. Ramis, del Dpto. de Neuroquímica del CID (Manipulación de muestras biológicas).

Reuniones internacionales

El 5th (Montreux) Symposium on Liquid Chromatography Mass Spectroscopy (LC/MS: SFC/MS: MS/MS) se celebró del 2 al 4 de noviembre en la ciudad alemana de Friburgo, con asistencia de unos 200 especialistas en el tema. Es la primera vez que este simposio no se celebra en Montreux probablemente por razones económicas, puesto que al parecer el Palacio de Congresos de Montreux resultaba demasiado costoso para los organizadores. Una vez más el simposio ha servido para definir las fronteras de esta especialidad, siendo lo más destacable el salto cualitativo que se ha dado en lo referente a los límites de peso molecular asequibles a la espectrometría de masas. La espectacularidad e interés del trabajo y datos presentados en este campo, permiten augurar un papel importante de la espectrometría de masas en la resolución de problemas relacionados con la biología molecular y la biotecnología.

La primera parte del simposio estuvo dominada por las comunicaciones sobre la combinación de la electroforesis de zona en tubo capilar y la espectrometría de masas. Mediante esta novedosa técnica y gracias al desarrollo paralelo de los métodos de ionización por electropulverización del caudal del tubo capilar, en la actualidad es factible la determinación de proteínas de elevado peso molecular por espectrometría de masas. Lo que quizás resulta más sorprendente es que ello puede realizarse en espectrometros de masas cuadrupolares de tipo convencional con límite máximo de la escala de masas de 2.000 uma. La explicación reside en que la ionización por electropulverización puede aportar un gran número de cargas por ión con lo que la relación masa/carga (m/z) a la que se detecta el ión disminuye al aumentar el valor nominal de z (normalmente de valor unitario). Por ejemplo, el ión molecular de la enzima deshidrogenasa alcohólica a $m/z=39804$ puede registrarse a $m/z=865$ cuando z alcanza su valor máximo experimental de 46. Otros ejemplos presentados fue-

ron los de proteínas como el citocromo c, la mioglobina, la insulina, la albúmina bovina o la dinorfina, detectada esta última a niveles de 24 femtomoles. Afortunadamente la gran sensibilidad del espectrometro de masas como sistema de detección compensa el escaso rango dinámico de la electroforesis capilar que se traduce en una capacidad de carga de muestra limitada.

Otra serie de comunicaciones orales así como una sesión de discusión estuvieron dedicadas al FAB/MS de flujo continuo, presentándose ejemplos en los que el sistema aporta una excelente sensibilidad para determinados compuestos pero presenta problemas de compatibilidad con ciertos tipos de columnas de HPLC debido a los reducidos flujos que puede aceptar la sonda de FAB.

La importancia dada en este simposio a la SFC o cromatografía de fluidos supercríticos (anteriormente también denominada "Science Fiction Chromatography") quedó reflejada por el elevado número de presentaciones, 12, frente a un total de 64. En el simposio se reflejaron las dos posibles aproximaciones en SFC-MS, o bien el uso de columnas convencionales de HPLC o el uso de columnas capilares, en combinación, en ambos casos, con la extracción supercrítica (SFE) y con posibilidad de utilizar diferentes modos de ionización (impacto de electrones o ionización química). El problema más importante en SFC-MS es el efecto de enfriamiento que se produce al expansionarse un fluido supercrítico en su paso de una elevada presión a condiciones de vacío. Otros problemas derivan de la densidad de programación que se produce en SFC afectando el mantenimiento de una presión constante en la fuente de iones, y en consecuencia la ionización de los solutos. Se presentaron aplicaciones con todos los MS posibles como ion-trap, cuadrupolos, magnéticos e incluso con SFC-MS-MS, en los diversos campos de aplicación como la industria farmacéutica, análisis de alimentos y medio ambiente.

Por otro lado pudimos constatar cómo la ionización por impacto de electrones en LC-MS ha sido revitalizada por la interfase denominada MAGIC o de Haz de Partículas a la que se dedicó otra sesión demostrando que puede ser una alternativa viable y muy flexible, ya que puede acoplarse además a diversos métodos de ionización.

La termopulverización o Thermospray continúa dominando el campo de aplicaciones (16 presentaciones) en relación a las demás interfases aunque quizás ya no con la absoluta superioridad de la edición anterior del simposio.

Finalmente hay que destacar el interés mostrado tanto en las presentaciones orales como por los fabricantes de MS, para disponer de sistemas versátiles y flexibles (Hyphenated), como la posibilidad de tener un mismo instrumento para GC-MS y LC-MS o SFC-MS y GC-MS, y cambiar en cuestión de minutos de un sistema a otro, realizando así análisis prácticamente simultáneos con las técnicas más adecuadas.

En conjunto se presentaron 30 comunicaciones orales y 34 "posters" y a nuestro modo de ver la única nota exasperante del simposio es que sólo se presentaron dos trabajos españoles a cargo de los dos únicos asistentes (los que suscriben) y que a pesar del probado interés de la técnica, ésta seguirá virtualmente ignorada en nuestro país, como también se demostró con una presencia española inferior al 1% sobre más de 1.200 asistentes en la 12th International Mass Spectrometry Conference celebrada en Burdeos del 29 de agosto al 2 de setiembre.

Emilio Gelpí (Dpto. de Neuroquímica, CID-CSIC) y *Damiá Barceló* (Dpto. de Química Ambiental, CID-CSIC) —Barcelona—.

Informaciones

UNA NUEVA REVISTA: JPC

La editorial Hüthig Verlag ha lanzado, en 1988, una nueva revista, "Journal of Planar Chromatography-Modern TLC" (JPC) coincidiendo con el 50º aniversario del primer experimento básico en capa fina por Izmailov y Schraiber. La revista publicará artículos de investigación sobre cromatografía en plano (papel, capa fina, gel) tanto analítica como preparativa, en sus diferentes modalidades, incluyendo desarrollo de métodos analíticos, instrumentales, o de cálculo, así como aplicaciones a la separación, identificación o determinación de productos sintéticos o naturales en todas las áreas de la química, biología y medicina.

Se admitirán artículos y comunicaciones breves; las revisiones serán por invitación del editor. Todas estas contribuciones serán revisadas. Se incluirán secciones con resultados de ensayos colaborativos, reseña de libros, novedades técnicas en instrumentación y productos, calendario de actividades, etc.

El editor principal es Sz. Nyredy, del Swiss Federal Institute of Technology (ETH) de Zúrich; en el comité editorial figura Ramón Segura, del Departamento de Ciencias Fisiológicas y de la Nutrición (Facultad de Medicina), de la Universidad de Barcelona.

El precio de la suscripción es 297,5 DM. y la dirección de la editorial: Dr. Alfred Hüthig Verlag, Postfach 102869, D-6900 Heidelberg 1, Alemania Federal.

Los interesados en más información (normas de publicación, etc.), pueden solicitarla al profesor R. Segura o a nuestra redacción.

GRUPO ESPECIALIZADO DE CALORIMETRIA Y ANALISIS TERMICO (GECAT)

Se ha constituido recientemente como grupo de ambas, R.S.E. de Química y R.S.E. de Física.

Aquellos interesados en información pueden solicitarla a:

F. Fernández-Martín

Instituto del Frío (CSIC)

Ciudad Universitaria. 28040 Madrid

Tel. 91-244 56 00. Ext. 31

CALENDARIO DE CURSOS Y SEMINARIOS DE PERKIN ELMER (enero, febrero y marzo de 1989)

Como es costumbre Perkin Elmer Hispania, S.A. desarrollará un amplio calendario de actividades encaminadas a ofrecer la presentación de equipos y nuevos avances tecnológicos en el campo de la química analítica en los próximos meses.

Las actividades programadas son las siguientes:

— Seminarios de absorción atómica y plasma ICP.

— Curso de análisis térmico polímeros.

— Seminarios de cromatografía de gases, cromatografía líquida de alta resolución y sistemas de tratamiento de datos para cromatografía de Perkin Elmer Nelson.

— Curso de ICP masas.

		Fechas y lugares:			
		Barcelona	Madrid	Valencia	Sevilla
Plasma	AA	26 Ene.	12 Ene.		
	AA		13 Ene.	19 Ene.	
	Tea Pol		1/2 Feb.		
	GC	3 Feb.	10 Feb.	17 Feb.	24 Feb.
	LC	1 Feb.	8 Feb.	15 Feb.	22 Feb.
	PEN	2 Feb.	9 Feb.	16 Feb.	23 Feb.
	ICP masas		28/30 Mar.		

Presentación de todas las líneas durante el mes de marzo en Zaragoza, Oviedo y Santiago.

Para cualquier información adicional contacten por teléfono con Olga Riera de Ribera, Perkin Elmer Hispania, S.A., Barcelona, tel. (93) 212 22 58.

* * *

Reseña de libros

Selective GC detectors, por M. Dressler. J. Chromatography Library. Vol. 36, Elsevier Sci. Pub. B.V. Amsterdam (1986).

Las 319 páginas de este libro están repartidas en trece capítulos, una lista de abreviaturas (muy conveniente tratándose de detectores) y un índice temático.

Los dos primeros capítulos, claros pero muy breves, comprenden la introducción y las características básicas de los detectores. Los tres siguientes se dedican a modificaciones del FID: detector de llama alcalina, sin llama, y llamas modificadas. Los siete siguientes capítulos se dedican cada uno a un tipo de detector: fotoionización, fotométrico de llama, captura electrónica, quimiluminiscencia, conductividad electrolítica, coulométrico y movilidad de iones. El último capítulo es una miscelánea que recoge brevemente sistemas tan heterogéneos como espectrómetros de plasma, de masas, de absorción atómica, de infrarrojos, junto a electrodos selectivos de iones o el detector piezoeléctrico de sorción.

En todos ellos se describe el diseño básico, la respuesta, las diversas modificaciones comerciales y gran variedad de aplicaciones. Las omisiones son pocas. El libro, con un contenido que se ajusta totalmente al título, describe con gran detalle los modos de operación más selectivos de los detectores, es decir, el autor se ha preocupado por no repetir lo ya escrito en libros anteriores sobre las versiones clásicas de los detectores más usados (FID, ECD y conductividad térmica). Esto hace que resulte un magnífico complemento para quien ya posea algún otro sobre detectores (en esta misma colección existen dos: *Detectors in gas chromatography*, por J. Sevcik; *Electron capture. Theory and practice*, por A. Zlatkis y C.F. Poole) pero también es sumamente interesante para cualquier usuario que desee conocer a fondo su equipo.

Advances in Chromatography, Vol. 27. Ed. J.C. Giddings, E. Grushka, P.R. Brown. Marcel Dekker Inc., Basilea (1987).

Este volumen incluye ocho capítulos. El primero, *Physicochemical and analytical aspects of the adsorption phenomena involved in GLC*, por V.G. Berezkin, incluye un número muy elevado de autocitas (ya que el autor viene trabajando en problemas de adsorción) y presenta el tema desde el punto de vista de la retención. El capítulo 2, *HPLC in endocrinology*, por R.L. Patience y E.S. Penny, resume técnicas de separación, métodos de detección y preparación de muestra para péptidos y proteínas, esteroides, aminas biogénicas, prostaglandinas, ácidos nucleicos y derivados. En el tercero, *Chiral stationary phases for the direct LC separation of enantiomers*, W.H. Pirkle describe las distintas clases de interacciones que permiten la separación de isómeros ópticos en cromatografía de líquidos. El capítulo cuarto, *The use of modified silica gels in TLC and HPTLC*, por W. Jost y H.E. Haust, muestra las posibilidades de separación de esteroides, nucleobases, alcaloides, vitaminas y otras sustancias en capas finas. En el quinto, *Micellar liquid chromatography*, J.G. Dorsey comienza explicando algunos principios generales sobre micelas, para pasar luego a resumir el trabajo en fase normal y reversa, y en capa fina, terminando con aplicaciones. El capítulo siguiente, *Derivatization in liquid chromatography*, por K. Imai, no es un tema para pocas páginas, como aquí ocurre. En el séptimo, *Analytical high performance affinity chromatography*, G. Fassina e I.W. Chaiken destacan las diferencias entre la cromatografía de afinidad analítica y la preparativa (que son más importantes que en otras modalidades) e incluyen los últimos avances en ambos aspectos de la técnica. En el octavo, *Characterization of unsaturated aliphatic compounds by GC/MS spectrometry*, L.R. Hogge y J.G. Millar describen algunos procedimientos basados en fragmentación (por impacto electrónico e ionización química) y, sobre todo, en el uso de derivados.

Empresa multinacional de instrumentación, precisa para sus oficinas centrales en Madrid, ESPECIALISTA EN CROMATOGRAFIA LIQUIDA.

Se requiere licenciado o doctor en Ciencias Químicas, Farmacia o Biológicas, buenos conocimientos de inglés y experiencia en cromatografía líquida de alta resolución.

Las personas interesadas deben escribir adjuntando historial profesional y una fotografía reciente a Perkin Elmer Hispania, S.A., calle La Masó, 2, 28034 Madrid, atención señorita Carmen Sicre.

* * *

SHIMADZU HPLC

LC-6A



ANALITICO

LC-7A



BIOCOMPATIBLE

LC-8A



PREPARATIVO

SU ELECCION EN HPLC

Consúltenos. Le atenderemos desde la más próxima de nuestras 18 delegaciones en España.



Barcelona 323 48 63. **Bilbao** 35 18 38. **Gijón** 35 67 46. **Granada** 28 07 50.
Las Palmas 24 21 49. **Madrid** 734 61 14. **Málaga** 39 28 97. **Murcia** 29 87 11.
La Laguna 65 01 12. **Palma de Mallorca** 28 91 71. **Santander** 25 30 16.
Santiago de Compostela 58 28 00. **Salamanca** 24 09 70. **Sevilla** 36 41 66.
Valencia 347 66 25. **Valladolid** 23 59 27. **Zaragoza** 77 17 14.

Nuevos socios del G.C.T.A.

Dña. M^a Dolores Gutiérrez Alvarez
Dpto. Química-Física y Analítica
Facultad de Químicas
Calvo Sotelo, s/n
33007 OVIEDO

D. Jesús Villen Altamirano
Escuela Universitaria Politécnica
Ctra. de Peñas, Km. 3,100
02006 ALBACETE

Dña. Estrella Fernández García
Instituto de Fermentac. Industriales
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

Dña. Nuria Samper Gómez
Repsol-Butano, S.A.
Arcipreste de Hita, 10
28015 MADRID

D. Ignacio Correa Gorospe
Instituto de Fermentac. Industriales
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

D. Pablo Floriano Martín
Pharma Mar, S.A.
Paseo de la Castellana, 52
28006 MADRID

D. Carlos Bort Misol
Millipore Ibérica, S.A.
Avda. del Llano Castellano, 13
28034 MADRID

D. Francisco J. Santos Vicente
Dpto. de Química Analítica
Facultad de Químicas
Universidad de Barcelona
Diagonal, 647
08028 BARCELONA

D. Miguel A. Maestre Albert
Gomensoro, S.A.
Verdad, 5
28019 MADRID

Dña. María Luisa González San José
Instituto de Fermentac. Industriales
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

D. Alfonso Vega García
Servicio Central de Policía Científica
Ministerio del Interior
Ctra. de Canillas, 53
28043 MADRID

D. Manuel Pascual Marcos
Instituto de Química Orgánica General
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

D. Pablo Fraile Jiménez de Maquirriain
Gobierno de Navarra. Lab. Químico
Avda. Serapio Huici, s/n
31610 VILLAVA (Navarra)

D. Francesc Carrera i Carrera
Comerç, 19, 3^a, 2^a
08003 BARCELONA

Dña. M^a Teresa Alemany Juárez
Departamento de Química General
Facultad de Biología. Univ. de León
Campus de Vegazana
24071 LEON

Dña. M^a de la Salette Hipólito Reis
Dpto. de Química-Física
Fac. Farmacia - Universidade do Porto
Rua Aníbal Cunha
4000 PORTO (Portugal)

Dña. M^a Pilar Alastrue Carcasona
Cetrería, s/n, P. 178-A
Urbanización Molino de la Hoz
28230 LAS ROZAS (Madrid)

Dña. Lourdes Conte Visús
Barcelona, 150, 1^a 1^a
08901 HOSPITALET DE LLOBREGAT
(Barcelona)

D. Vicente Ubeda Conca
Gomensoro, S.A.
Verdad, 5
28019 MADRID

D. Fernando González Gómez
ERT. División Petóleo
Refinería La Rábida. Laboratorio
21810 PALOS DE LA FRONTERA
(Huelva)

D. Bernabé Bodas Morales
Lasing, S.A.
Marqués de Pico Velasco, 64
28027 MADRID

D. Carlos Cosín Borrás
Menadiona, S.A.
Gran Vía de las Cortes Catalanas, 774
08013 BARCELONA

D. José Luis Garrido Valencia
Instituto de Invest. Marinas (CSIC)
Eduardo Cabello, 6
36208 VIGO (Pontevedra)

D. Juan Arias Sanz
Ces Analítica, S.A.
Santa Engracia, 141
28003 MADRID

Dña. Mercedes Lloves Vieira
Pharma Mar, S.A.
Paseo de la Castellana, 52, 7ª pl.
28046 MADRID

D. Francisco Centrich Escarpenter
Laboratorio Municipal
Ayuntamiento de Barcelona
Wellington, 44
08005 BARCELONA

Dña. Ana Mª Bermejo Barrera
Dpto. Medicina Legal (Toxic. Forense)
Facultad de Medicina
San Francisco, s/n
15771 SANTIAGO DE COMPOSTELA
(La Coruña)

Dña. Elena Rozman Jurado
Ferrer Internacional, S.A.
Centro de Investigación
Juan de Sada, 32
08028 BARCELONA

D. José Cid Montañés
Centro de Investigación y Desarrollo
Jorge Girona Salgado, 18-24
08034 BARCELONA

Dña. Soledad Martí Mari
Centro de Investigación y Desarrollo
Jorge Girona Salgado, 18-24
08034 BARCELONA

Dña. Cristina Martínez Acedo
Repsol Química, S.A.
Apdo. de Correos, 57
13500 PUERTOLLANO (Ciudad Real)

D. Enrique Méndez Corman
Hospital Ramón y Cajal
Servicio de Endocrinología
Ctra. de Colmenar, Km. 9,100
28034 MADRID

* * *

Si desea hacerse socio del GCTA rellene y envíe el siguiente boletín de inscripción a la secretaria:

Dr. Joan Grimalt
Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)
Jordi Girona Salgado, 18-26 - 08034 Barcelona

acompañado de la correspondiente autorización bancaria. Precio 1989: 1.500 ptas.). Señale la dirección en la que desea recibir la correspondencia.

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

HOJA DE INSCRIPCION

Apellidos Nombre.....

Ciudad (CP)

Calle núm.....

Industria u organización

..... Ciudad (CP)

Calle núm.

Firma,

Sr. Director del Banco/Caja de Ahorros

Sucursal

Dirección Ciudad

D.

con domicilio en

y con cta. cte. / libreta de ahorro núm. en esta sucursal, ruega a usted se digne dar las órdenes oportunas para que con cargo a dicha cuenta sean abonados los recibos de mi cuota anual de socio que les serán presentados al cobro por la Real Sociedad Española de Química.

Atentamente le saluda,

Firma

Empresas colaboradoras

PROTECTORAS

- KONIK INSTRUMENTS, S.A.
Ctra. Cerdanyola, 65-67
08190 SANT CUGAT DEL VALLES (Barcelona)
- PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.
General Vives, 25-27
08017 BARCELONA

ASOCIADAS

- BECKMAN INSTRUMENTS
ESPAÑA, S.A.
Avda. del Llano Castellano, 16
28034 MADRID
- CES ANALITICA, S.A.
Santa Engracia, 141, 1ª
28003 MADRID
- CHEMICONTROL, S.L.
Avda. de Filipinas, 46
28003 MADRID
- CHROMPACK
Avda. de América, 58
28028 MADRID
- IGODA, S.A.
General Martínez Campos, 41-3ª
28010 MADRID
- IZASA, S.A.
Ctra. Madrid-Irún, Km. 12,300
28034 MADRID
- LASING, S.A.
Marqués de Pico Velasco, 64
28027 MADRID
- MICROBEAM, S.A.
Rambla Volart, 38, entlo. 3ª
08026 BARCELONA
- MILLIPORE IBERICA.
DIV. CROMATOLOGRAFIA WATERS
Entenza, 28
08015 BARCELONA
- PHILIPS IBERICA, S.A.
Martínez Villergas, 2
28007 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA
DEL OXIGENO
Paseo de Recoletos, 18-20
28001 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CARBUROS METALICOS
Plaza de Cronos, 5
28037 MADRID
- SUGELABOR
Sierra Toledana, 17
28038 MADRID

Novedades técnicas



Konik Instruments, S.A.
Rosario Pino, 18, 1º - 28020 MADRID
Tels. 91/279 44 44 - 571 67 84
Fábrica: Konik Instruments, S.A.
Ctra. Cerdanyola, 73-75
Sant Cugat del Vallés
08024 BARCELONA
Tel. 93/674 32 50

NUEVOS DETECTORES UV-VIS KONIK PARA HPLC

Konik Instruments ha incorporado con gran éxito, a su línea de detectores para HPLC, los nuevos modelos UV-Visible 200, 203, 204 y 206. Son los únicos en el mercado que incorporan la tecnología de fibra óptica, consiguiendo reducir a su mínimo el efecto de índice de refracción en cubeta. Están dotados de una altísima sensibilidad de cinco cienmilésimas (0,00005 AUFS) sobre fondo de escala. El modelo KNK-319-200 tiene un rango variable de longitudes de onda de 190-800 nm, doble haz, a un precio realmente interesante.

Los modelos KNK-319-203 y KNK-319-204 permiten almacenar cromatogramas en memoria y al mismo tiempo la obtención de espectros sin parada de flujo con ingenioso sistema de by-pass.

El modelo KNK-319-204 introduce la posibilidad de trabajar con dos longitudes de onda simultáneamente y el cambio de longitudes de onda frente al tiempo.

Tanto el modelo KNK-319-203 como el KNK-319-204 incorporan un software específico para visualización de cromatogramas en la pantalla de un PC.

El nuevo detector KNK-319-206 con monocromador de movimiento rápido, supera claramente a la ya "clásica" tecnología de los detectores de fotodiodos. La sensibilidad de 20 pg de antraceno a una señal-ruido de 30/1 es comparativamente diez veces mejor que cualquier fotodiodos. Asimismo presenta un ruido de fondo menor del 2% en operación a longitud de onda múltiple a alta velocidad debido a un excelente rango de reproducibilidad de longitud de onda.

La velocidad de barrido es superior a 30.000 nm por seg. con una reproducibilidad de longitudes de onda de 0,001 nm en menos de 20 milisegundos. Un potente paquete de software permite recibir datos espectrales a alta velocidad durante todo el cromatograma, con posibilidad de hacer barridos a nivel capilar con un excelente nivel señal-ruido, cosa que no ha podido hacer ningún fotodiodos.

KONIK INTERNACIONAL

Durante los meses de octubre y noviembre pasados hemos realizado la instalación de los 40 cromatógrafos de gases y líquidos vendidos recientemente a Argentina, tal como indicamos en el número anterior de esta revista.

Las instalaciones así como las charlas, coloquios y cursillos que se realizaron simultáneamente a las mismas tuvieron gran éxito y una magnífica acogida. Todos los usuarios quedaron gratamente impresionados del elevado nivel tecnológico y capacidad de soporte integral demostrado por Konik.

Asimismo ha quedado constituida en Buenos Aires la sociedad Konik Sudamericana, S.A., con el fin de seguir mejorando la presencia de Konik Instruments en todo el cono sudamericano.

PERKIN-ELMER

NUEVO DETECTOR UV PROGRAMABLE PARA CROMATOGRAFIA LIQUIDA

Perkin-Elmer ha lanzado al mercado un nuevo detector de doble longitud de onda, programable, en tecnología de fotodiodos, denominado LC-135. Hermano pequeño del popular LC-235, prescinde de las posibilidades espectroscópicas de éste, para reducir muy sensiblemente su precio.

Utilizando un plotter GP-100, o con el integrador LCI-100 proporciona automáticamente el índice de pureza de cada pico, así como la longitud de onda de máxima absorbencia. Puede convertirse a LC-235.

Perkin-Elmer adquiere Nelson Analytical

Perkin-Elmer Corporation, de Norwalk, Connecticut, y Nelson Analytical, Inc., de Cupertino, California, han firmado un contrato en el cual Perkin-Elmer adquiere Nelson mediante una fusión de las dos compañías.

Nelson Analytical es una de las compañías más importantes en sistemas de tratamiento de datos para cromatografía.

La fusión proporcionará recursos financieros y una más amplia red de distribución a Nelson y aportará sus conocimientos en tratamiento de datos a Perkin-Elmer.

Espectrómetro ICP-Masas Elan

El Elan Sciex de Perkin-Elmer es un espectrómetro de plasma con acoplamiento inductivo-masas (ICP-MS) diseñado para la determinación rápida de varios elementos de especies elementales a bajas concentraciones.

Las principales aplicaciones se encuentran en las áreas del medio ambiente, geoquímica y de fabricación de semiconductores. De los 75 elementos determinables por el Elan, por lo menos 65 presentan unos límites de detección de 1 microgramo/litro o menores. Una serie de 20 elementos puede ser determinada en un tiempo de uno a tres minutos, dependiendo de la precisión requerida. Los espectros obtenidos de las muestras son sencillos y fáciles de interpretar debido a que el ICP-MS diferencia los elementos de acuerdo con sus masas. Con relación a los iones negativos, el Elan está capacitado para la determinación directa del cloro, flúor y bromo a concentraciones convenientes.

La capacidad del instrumento para la medida de isótopos también permite la cuantificación por dilución isotópica, lo que determina que este método pueda considerarse como uno de los más precisos de valoración disponibles. El Elan se controla por un microordenador por medio de una consola compuesta de una pantalla CTR en color y un teclado. Un paquete completo de software permite al analista aprovechar todas las ventajas del sistema ICP-MS.

Cuantificador de micromuestras de DNA

Perkin-Elmer Cetus ha introducido un nuevo sistema denominado DNA Quant que proporciona a los biotecnólogos un método simple de cuantificación de proteínas y fragmentos de DNA en muestras tan pequeñas como 50 ul.

El sistema consiste en un cartucho de software UV Biotech y una microcubeta de cuarzo diseñada para adaptarse al espectrofotómetro UV/VIS modelo Lambda 4B de Perkin-Elmer.

El conjunto de software y microcubeta permiten un rápido acceso a gran variedad de aplicaciones, que incluyen: relación de absorbancias A(260)/A(280), concentraciones de fragmentos y portadores simples y dobles de DNA, RNA y oligómeros, concentración de proteína y ácido nucleico en mezclas simples...

El software UV Biotech es la última adición a la colección de cartuchos de software para aplicaciones específicas del Lambda 4B. La microcubeta de 50 ul de cuarzo se maneja como las cubetas normales y se limpia fácilmente al poderse abrir por la parte superior.

Sistema de amplificación de DNA

Con la revolucionaria técnica PCR (Polymerase Chain Reaction) es posible amplificar, in vitro, una secuencia de DNA hasta 100.000 veces y en un tiempo de horas en contraste con los días que se requieren con los métodos convencionales de amplificación. La técnica es válida tanto para la DNA genómico como para el clónico.

Perkin-Elmer Cetus se complace en presentar su sistema de amplificación de DNA con el que consigue optimizar la velocidad y eficiencia de la técnica.

BECKMAN

UNA COMPAÑÍA SMITHKLINE BECKMAN

HPLC CON SU TOQUE PERSONAL

Le presentamos el System Gold™. El Cromatógrafo Personal™. Un nuevo producto Beckman de características muy especiales, con el que establecerá excelentes relaciones. Es el instrumento que usted estaba esperando.

El System Gold tiene todos los módulos hábiles que son esenciales

para la HPLC, pero ahora todos ellos unidos mediante una red digital de comunicaciones, que le permite controlarlos desde un mismo punto; ya sea usando un computador NEC laptop, o el potente computador personal IBM PC-AT o XT. De hecho, con el "ratón" disponible para este último, lo único que debe hacer para lograr mayor productividad es "apuntar y tirar". ¡Esto es la Cromatografía Personal™!

Suministro de solventes.

Rendimiento, precisión y rentabilidad

Desde 60 ml/min. hasta 1 microlitro/min., con la tecnología de bombeo de pistón único, suministro de flujo uniforme y libre de pulsaciones. Con una reproducibilidad $\pm 0,1\%$.

Además, uno o dos módulos de bombeo le ofrecen una capacidad única de programabilidad, mezcla dinámica en alta presión, lavado del pistón, y selección automática de múltiples solventes.

Detección sensible y versátil

Todos los detectores System Gold totalmente digitales le ofrecen la más alta rentabilidad en el suministro de datos, con picos no distorsionados, bajo ruido de línea base, elevada sensibilidad (0,001 VAFS) y monitorización programable de longitudes de onda variable (190 a 700 nm).

Además, "scanning" de alta sensibilidad en tiempo real, que le ofrecen una información que no puede obtenerse con la tecnología de sistema de diodos (diode array).

La cromatografía personal es fácil

Usted puede tener fácilmente la configuración System Gold más adecuada a las aplicaciones que necesite.

La instalación es tan sencilla que usted mismo la puede realizar. Y con autodiagnóstico de buen funcionamiento que hacen su mantenimiento sencillo y barato.

Pida hoy información del System Gold

Si desea conocer la nueva serie de cromatógrafos personales System Gold y verlos por sí mismo, contacte con Beckman Instruments España, S.A.

Avda. del Llano Castellano, 15
Tel. (91) 729 16 66
28034 MADRID

Virgen de la Estrella, 13
Tel. (954) 45 58 19
41011 SEVILLA

Marqués de San Juan, 15-17
Tel. (96) 347 64 09
46015 VALENCIA

Sabino de Arana, 46-48
Tel. (93) 339 97 16
08028 BARCELONA

Francisco Rodríguez, 5
Tel. (981) 66 47 24
EL GRAJAL - LA CORUÑA

Avda. de Navarra, 49-51
Tel. (976) 34 48 58
50010 ZARAGOZA

CES analítica

Ces Analítica presenta la microcromatografía, la nueva orientación de la estrategia de Carlo Erba Instruments.

La microcromatografía incluye las mejores técnicas de separación basadas en columnas capilares y microempacadas, y en la utilización de fases móviles gaseosas, líquidas o de fluido supercrítico. Estas técnicas incluyen HRGC (cromatografía de

gases de alta resolución), SFC (cromatografía de fluido supercrítico) y micro HPLC.

La microcromatografía ofrece mejoras sustanciales sobre los métodos cromatográficos convencionales en cuestiones como potencia, sensibilidad, posibilidad de utilizar variedad de detectores (universales y selectivos) de GC y LC, así como un fácil acoplamiento a otros sistemas de detección como MS y FTIR. El acoplamiento on-line de Micro HPLC a HRGC, que permite el análisis de compuestos traza en condiciones originales, es un magnífico ejemplo de las enormes posibilidades que ofrece la microcromatografía.

La microcromatografía no sólo necesita precisos sistemas de inyección, separación y bombeo, que son constituyentes vitales del sistema analítico; también exige una alta cualificación en las áreas de automuestreadores, tratamiento de datos y detección.

Carlo Erba ha desarrollado recientemente una línea de instrumentos dedicada exclusivamente a la microcromatografía:

— HT Mega HRGC (cromatografía gaseosa capilar de alta temperatura), para el análisis cuantitativo de mezclas de compuestos termoestables; desde compuestos muy volátiles hasta los de peso molecular elevado.

— SFC 3000 (cromatografía de fluido supercrítico), con detectores de cromatografía líquida o gaseosa para el análisis de compuestos termolábiles o de peso molecular relativamente alto. Utiliza fluidos supercríticos puros o mezclados.

— Sistema 20 Micro HPLC, con una bomba tipo jeringa de alta precisión, capaz de múltiples gradientes de elución a un flujo del orden de $\mu\text{l}/\text{min}$. (Phoenix 20) y un detector especial

para determinaciones on-column (micro Uvis 20).

Estos sistemas establecen las bases para el desarrollo de nuevos métodos que serán capaces de aprovechar las ventajas de las técnicas microcromatográficas y abrirán camino a un uso más extendido de métodos de detección positivos como espectrometría de masas.

El acoplamiento de espectrómetros de masas a cromatografía de gases capilar, ha supuesto ya grandes ventajas analíticas y lo mismo puede esperarse del acoplamiento con otras técnicas como SFC o Micro HPLC.

Ces Analítica también quiere comunicar que el simulador de destilación de fracciones de petróleo, HT Sim Dist, de Carlo Erba Instruments ha sido presentado a la ASTM con el apoyo de Exxon y Total, con el fin de convertirse en un método oficial. Otro tanto ocurre con el analizador de compuestos oxigenados O-FID, que ha sido propuesto como método oficial de la CEE para determinar este tipo de compuestos en las gasolinas.



NUEVO CROMATOGRFO DE GASES VARIAN 3600

Con este nuevo modelo, Varian completa en su gama más alta, su ya conocida y extendida serie 3000 de GC, aumentando aún más su prestigio, en un campo en el que ha sido pionera de buena parte de los sistemas analíticos existentes hoy en día.

El Varian 3600 ha sido diseñado con la finalidad de dar respuesta a aquellos laboratorios cuya principal exigencia sea la versatilidad.

La versatilidad del modelo 3600 viene dada por la incorporación de un sistema operativo basado en microprocesador en conjunción con un horno de gran volumen y la posibilidad de acoplar simultáneamente una gran variedad de sistemas de inyección y detección.

Su amplio horno de 22 l. de capacidad permite instalar cómodamente, cara a cara, hasta 6 columnas a la vez en cualquier combinación: empaquetadas (metálicas o de vidrio), megabore o capilares.

Pueden instalarse hasta 6 inyectores y/o válvulas simultáneamente en dos zonas de calentamiento independiente. Asimismo, y también en dos zonas de calentamiento independiente, pueden incorporarse hasta 4 detectores a la vez.

De esta forma, el usuario puede disponer en el Varian 3600 de diferentes sistemas analíticos simultáneamente, listos para su utilización, sin necesidad de conectar, desconectar y comprobar fugas en cada columna.

Una gran novedad del equipo es su sistema neumático: su especial diseño de distribución de gases, identificados mediante distintos colores, permite al usuario cambiar de inyector o de gas portador en cuestión de segundos. Así pues, es posible realizar un análisis en columnas capilar usando sucesivamente He, H₂ y N₂ como gases portadores sin producir ninguna alteración en las restantes columnas. Adicionalmente, el sistema neumático va provisto de sensores electrónicos de presión y de flujo que permite la lectura directa en pantalla de: flujo y velocidad de gas portador, presión en cabeza de columna y relación de split.

Para el control y automatización de todos los elementos del equipo, el Varian 3600 posee un potente corazón: el microprocesador Motorola

68000 de 16 bit, que convierte a su sistema operativo, en un verdadero sistema multipuesto. Además es capaz de controlar desde teclado: inyector automático, válvulas, sistema de datos (IBDH), printer/plotter, comunicación bidireccional y un completo sistema de autodiagnóstico.

Para una mayor información dirigirse a:

Chemicontrol, S.L.
Avda. de Filipinas, 46
Teléf. 91/254 66 77/78
28003 MADRID

CHROMPACK



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

NUEVAS COLUMNAS DE CROMATOGRAFIA

Chrompack líder mundial en columnas cromatográficas, ha sacado sus nuevas columnas, que se unen a sus ya conocidas columnas Plot de alumina, tamiz molecular y de Poraplot.

Columna de sílice fundida resistentes a temperaturas de 450 °C

Esta columna, existente en las versiones capilar de 0,32 mm. y semicapilar de 0,53 mm. y de relleno polimérico, tiene como principal característica, el estar fabricada con un tubo de sílice fundida, que resiste altas temperaturas, por encima de los 325 °C a los que el recubrimiento de poliamida del tubo capilar convencional, se funde.

Esto es muy interesante, en el análisis de compuestos, que como las ceras y los aceites pesados, requieren altas temperaturas, para la separación de hidrocarburos de hasta 100 átomos de carbono, lo que significa hacer una destilación simulada tal como especifica la norma ASTM-D-2887.

Columna capilar de 100 metros de Escualano

Por vez primera, se comercializa una columna capilar con escualano, conocida fase de polaridad cero que se usa para análisis de hidrocarburos. En este caso la columna capilar de 0,25 mm. y 100 m., tiene una eficacia tal y una sensibilidad, que permite el análisis de más de 600 compuestos, con sus más de 280.000 platos garantizados. La lista con los índices de retención, de esos compuestos, se entrega con cada columna.

Análisis de adulteraciones de leche

Un tema de candente actualidad, es el de las adulteraciones de leche por lactosueros. Las proteínas del suero de leche están entre 14.000 y 1.000.000 daltons y son principalmente formadas por β -lactoglobulina, α -lactoalbúmina, etc. La adulteración se detecta por el análisis de glicomacropéptidos (GMP) con HPLC de filtración de gel, mediante nuestras columnas 450 CF de 25 x 9,4 mm. mientras que las proteínas de la leche se analizan con la columna Chrompack 8P 1000 de 500 x 4,6 mm.

Columnas de intercambio iónico para separaciones biomoleculares

Las nuevas columnas Hidrofase HP-PEI son de intercambio aniónico débil, análogas a las de la serie DEAE-PW de TSK, que también continúan en el catálogo. El polímero de las nuevas columnas, es un éster no saturado altamente hidrófilo y estable a pH de 2 a 12 pudiéndose usar cualquier tampón como solvente. Su eficacia es muy alta (30.000 platos/m) y su porosidad es de 500 angstroms que permite separar proteínas de hasta 500.000 daltons.



NUEVO DETECTOR DE FOTODIODOS SHIMADZU, MOD. SPD-M6A

La firma Shimadzu Corporation, distribuida en España por Izasa, S.A., acaba de lanzar en Europa su nuevo detector de fotodiodos, modelo SPD-M6A. Este nuevo modelo permite trabajar en un rango espectral entre 195 y 670 nm proporcionando 1 nm de resolución (o un diodo).

Utiliza una celda de 8 μ l de volumen interno y 10 mm de paso de luz y va termostatzado para optimizar su estabilidad. Además va gobernado por un ordenador personal mediante un programa diseñado en forma de menú, permitiendo efectuar análisis en tiempo real. De entre las características del programa caben resaltar:

a) Sus representaciones tridimensionales, seleccionando espectros de los picos cromatográficos y permitiendo estudiar la pureza de un pico mediante comparación de espectros o de cromatogramas a dos longitudes de onda diferentes.

b) Representación de curvas de nivel, permitiendo, mediante cursor, ver el cromatograma resultante a la longitud de onda deseada, o identificar impurezas por asimetrías en el mapa u obtener la longitud de onda óptima para el desarrollo de métodos analíticos. También permite efectuar estudios de pureza de picos.

c) Análisis cuantitativos, creando tablas de identificación de picos y permitiendo efectuar calibración mediante patrón interno o externo o normalización de áreas. Asimismo, es capaz de efectuar identificación espectral y cuantificación a la vez.

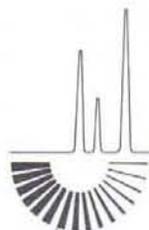
NUEVO ESPECTROMETRO DE MASAS SHIMADZU, MOD. GCMSQP2000

Shimadzu ha presentado el pasado verano, con gran éxito, su nuevo espectrómetro de masas modelo GCMSQP2000. Se trata de un nuevo cuadrupolo de molibdeno que cubre el rango de 10 a 900 amu. con resolución de 2M. Se ha diseñado también para trabajos utilizando sonda de introducción directa de muestras (sólidas o líquidas).

La fuente iónica, de doble filamento ofrece un rango de control de temperatura de hasta 350 grados centígrados, permitiendo efectuar ionización por impacto electrónico (EI). Asimismo, incorpora un detector multiplicador electrónico de 16 etapas con un deflector especial que proporciona alta sensibilidad en el rango alto de masas.

Este modelo incorpora un cromatógrafo de gases de la serie 14 con inyector split/splitless, bomba turbomolecular y rotatoria, disco floppy de 1MB, disco rígido de 20 MB, pantalla en color, teclado alfanumérico e impresora gráfica.

Si desea más información información sobre estos nuevos modelos solicitenlo en los teléfonos (91) 653 71 99 y (93) 425 01 00.



lasing, s.a.

DIVISION ANALITICA

NUEVO DENSITOMETRO LASER COMPUTERIZADO 300A MOLECULAR DYNAMICS

Ahora puede plantearse el hacer un scanning por transmisión, de sus

geles, películas radiográficas, "blots", etc., y por grandes que éstas sean, hasta 36x42 cm., en tan sólo tres minutos.

El densitómetro de la firma Molecular Dynamics, **modelo 300A**, representada en exclusiva por Lasing, S.A., es un moderno sistema gobernado por ordenador que utiliza como fuente de iluminación un láser de He-Ne que proporciona una luz coherente de una longitud de onda de 632,8 nm.

El sistema va provisto de un "scanner" y un cilindro integrador de luz que permite un preciso análisis cuantitativo de geles de electroforesis o películas radiográficas.

El haz de luz, de un tamaño de 88 micras y de forma gaussiana, es conducido por el sistema óptico hasta atravesar la muestra situada sobre la parte superior del equipo, sobre la cual está el cilindro integrador y el detector que, debido a la intensidad del haz de luz, puede trabajar entre 0,01 y 4,0 unidades de densidad óptica (O.D.) con un ruido menor de 0,002 O.D. a 2,0 O.D.

La resolución espacial del sistema es de 114 puntos/cm. (13.000 cm²) para todos los barridos realizados.

La señal analógica proporcionada por el detector, es comparada con el haz incidente y convertida por tanto en una señal proporcional a la O.D. antes de ser digitalizada, con una resolución de 12 bit.

El sistema incorpora un completo software, basado en el Microsoft Windows Version 2,0, para aplicaciones cuantitativas, de reprocesado y presentación de datos.

Para mayor información sobre este producto estamos a su disposición en:

Lasing, S.A. - División Analítica
Marqués de Pico Velasco, 64
28027 Madrid
Tels. 268 08 79/36 43/29 04

MERCK

NUEVO INTEGRADOR D-2500 MERCK-LICHTROGRAPH

La enorme experiencia acumulada día tras día en nuestros laboratorios en campos tan diversos como GC, TLC y HPLC, ha permitido a Merck el tener muy claras cuáles son las necesidades de un laboratorio de control y de investigación. Es por todo esto, por lo que estamos en condiciones de presentar un nuevo producto que amplía si cabe las ya de por sí excelentes prestaciones de su antecesor en el campo del proceso de datos.

El nuevo integrador D-2500 no se limita a integrar cromatogramas, sino que es capaz de almacenar, recalcular, calibrar, representar gráficos, etc. En una palabra, sus características lo hacen ideal para todo tipo de usuarios, incluso aquellos que no tuviesen experiencia previa en estas técnicas.

El D-2500 combina características tan importantes como:

- incorporación de teclados de membrana protegidos contra derrames accidentales,

- utilización de pantallas LCD para facilitar el diálogo con el usuario, controlar el seguimiento del análisis y reducir el consumo de papel,

- uso de programación asistida para facilitar el aprendizaje,

- capacidad de almacenamiento excepcional: hasta 90 horas de operación,

- multicalibración: hasta 8 puntos, con representación gráfica de la curva de calibración para comprobar la bondad de los resultados,

- introducción de la estadística aplicada al control de calidad para

ahorrarle tiempo en la validación de sus resultados,

— elaboración personalizada de informes,

— ampliación a un segundo canal de integración para facilitarle la expansión de su laboratorio,

— un sistema de comunicación inteligente con el exterior: PAN para control propio de módulos Merck o RS 232 C para su conexión con ordenadores.

En definitiva, un conjunto de prestaciones que estamos seguros van a satisfacer las necesidades del cliente más exigente. Si desean una información más detallada o una demostración, no duden en ponerse en contacto con nuestras oficinas:

Mollet del Vallés: Apdo. 47.

Tel. (93) 593 31 04.

Barcelona: Avda. Diagonal, 499.

Tel. (93) 230 92 06.

Madrid: Gral. Martínez Campos, 41.

Tel. (91) 410 34 48

Waters

Division of MILLIPORE

SISTEMA POWERLINE WATERS

Intercomunicación de módulos cromatográficos

El nuevo sistema Powerline de Waters es un nuevo concepto de control y comunicación para cromatografía líquida, que se aplica a sistemas modulares o compactos Waters.

Los sistemas cromatográficos Powerline permiten el control de la programación de gradientes, inyección y parámetros de detección desde un sólo teclado, ya sea el del propio programador de gradientes, Waters 600E u ordenador personal.

La interconexión entre los distintos módulos del sistema cromatográfico facilita la documentación e impresión de las condiciones de trabajo en el informe analítico.

Entre los detectores conectables al sistema Powerline se incluyen el de fotodiodos, los UV-VIS programables multicanal o de un sólo canal y el de índices de refracción. El sistema Powerline puede incluir también muestreadores automáticos WISP y sistemas de tratamiento de datos.

WATERS 600E POWERLINE

Módulo de gradientes para cromatografía líquida

El nuevo módulo de control Waters 600E Powerline es el centro de programación de los sistemas cromatográficos con módulos intercomunicados Powerline.

Desde la pantalla y el teclado del sistema de bombeo 600E el usuario selecciona las condiciones de caudal, gradiente, parámetros de detección e inyección automática sin la necesidad de un ordenador o software adicional. Cuando se utiliza con detectores Powerline, el Waters 600E, tiene capacidad de programar los cambios de longitud de onda y atenuación con el fin de optimizar la detección de los picos de interés o bien variar automáticamente la longitud de onda, entre inyecciones, en vista al desarrollo y optimización de métodos.

Los sistemas cromatográficos Powerline de Waters presentan un nuevo concepto de integración, control e interconexión. Una comunicación digital conecta los módulos Powerline para control y documentación de las condiciones de trabajo. El módulo Powerline 600E actúa como controlador central de todos los parámetros

del sistema tales como eluciones isocráticas o con gradientes de cuatro solventes, eventos externos, volúmenes de inyección, secuencia de viales, longitud de onda, atenuación y sensibilidad en el índice de refracción.

WATERS 990 PLUS

Detector UV-VIS por fotodiodos para cromatografía líquida

Este nuevo detector monitoriza de forma continua la separación cromatográfica en el margen UV-VIS entre 190 y 800 nm, lográndose la máxima información espectral sobre la muestra.

Los 512 diodos incluidos en la óptica del Waters 990+ permiten obtener espectros de gran resolución (1,4 nm) manteniendo a su vez una alta sensibilidad tanto cromatográfica como espectral (0,0001 - 2 UAFS). Esto facilita la aplicación de este detector a la identificación y cuantización de trazas.

El software incluye el almacenamiento y búsqueda automática en librería de espectros para comparación con los que se van adquiriendo en los nuevos cromatogramas.

La calibración e integración cromatográfica se puede efectuar en hasta seis canales o longitudes de onda seleccionables. Opcionalmente se pueden integrar hasta cuatro señales de otros detectores externos.

El Waters 990+ puede usarse como módulo independiente conectado a cualquier sistema de bombeo, o como un componente de los sistemas de intercomunicación Powerline de Waters. La opción Powerline permite al 990+ controlar desde su teclado todos los parámetros cromatográficos del sistema HPLC.

WATERS 484

Detector de absorbancia UV-VIS

La División de Cromatografía Waters ha presentado recientemente el nuevo detector UV-VIS de alta sensibilidad modelo Waters 484. El rango de longitudes de onda, seleccionable o programable, va desde 190 a 600 nm.

El detector de absorbancia 484 proporciona una alta relación señal/ruido muy adecuada para los trabajos cromatográficos a alta sensibilidad. El diseño exclusivo de la célula de flujo (Taper-Cell®) elimina los efectos de los cambios de índice de refracción lo que proporciona una línea de base muy estable.

Hay varios tipos de microcélulas fácilmente intercambiables; para trabajo microbore, semipreparativo o para sistemas inertes no metálicos.

El detector 484 dispone de un sistema de calibración automático, cada vez que se conecta, que asegura la exactitud de la longitud de onda, un sistema de autocero para la inicialización de la línea de base después de cada cambio de disolvente o longitud de onda y un sistema de protección que retiene en memoria los parámetros de trabajo cada vez que se desconecta o interrumpe el fluido eléctrico. Desde el teclado del panel frontal se seleccionan fácilmente los parámetros de trabajo, tales como longitud de onda, absorbancia o calibración.

El Waters 484 puede usarse como módulo independiente en cualquier línea cromatográfica o como un componente de los sistemas Powerline de Waters.

En esta última versión se incrementan las posibilidades de programación y documentación relacionadas con los cambios de longitud de onda, sensibilidad, polaridad y autocero, que se pueden efectuar a través de la gama de controladores del sistema Powerline tales como el Waters 600E.

del sistema tales como eluciones isocráticas o con gradientes de cuatro solventes, eventos externos, volúmenes de inyección, secuencia de viales, longitud de onda, atenuación y sensibilidad en el índice de refracción.

WATERS 990 PLUS

Detector UV-VIS por fotodiodos para cromatografía líquida

Este nuevo detector monitoriza de forma continua la separación cromatográfica en el margen UV-VIS entre 190 y 800 nm, lográndose la máxima información espectral sobre la muestra.

Los 512 diodos incluidos en la óptica del Waters 990+ permiten obtener espectros de gran resolución (1,4 nm) manteniendo a su vez una alta sensibilidad tanto cromatográfica como espectral (0,0001 - 2 UAFS). Esto facilita la aplicación de este detector a la identificación y cuantización de trazas.

El software incluye el almacenamiento y búsqueda automática en librería de espectros para comparación con los que se van adquiriendo en los nuevos cromatogramas.

La calibración e integración cromatográfica se puede efectuar en hasta seis canales o longitudes de onda seleccionables. Opcionalmente se pueden integrar hasta cuatro señales de otros detectores externos.

El Waters 990+ puede usarse como módulo independiente conectado a cualquier sistema de bombeo, o como un componente de los sistemas de intercomunicación Powerline de Waters. La opción Powerline permite al 990+ controlar desde su teclado todos los parámetros cromatográficos del sistema HPLC.

WATERS 484

Detector de absorbancia UV-VIS

La División de Cromatografía Waters ha presentado recientemente el nuevo detector UV-VIS de alta sensibilidad modelo Waters 484. El rango de longitudes de onda, seleccionable o programable, va desde 190 a 600 nm.

El detector de absorbancia 484 proporciona una alta relación señal/ruido muy adecuada para los trabajos cromatográficos a alta sensibilidad. El diseño exclusivo de la célula de flujo (Taper-Cell®) elimina los efectos de los cambios de índice de refracción lo que proporciona una línea de base muy estable.

Hay varios tipos de microcélulas fácilmente intercambiables; para trabajo microbore, semipreparativo o para sistemas inertes no metálicos.

El detector 484 dispone de un sistema de calibración automático, cada vez que se conecta, que asegura la exactitud de la longitud de onda, un sistema de autocero para la inicialización de la línea de base después de cada cambio de disolvente o longitud de onda y un sistema de protección que retiene en memoria los parámetros de trabajo cada vez que se desconecta o interrumpe el fluido eléctrico. Desde el teclado del panel frontal se seleccionan fácilmente los parámetros de trabajo, tales como longitud de onda, absorbancia o calibración.

El Waters 484 puede usarse como módulo independiente en cualquier línea cromatográfica o como un componente de los sistemas Powerline de Waters.

En esta última versión se incrementan las posibilidades de programación y documentación relacionadas con los cambios de longitud de onda, sensibilidad, polaridad y autocero, que se pueden efectuar a través de la gama de controladores del sistema Powerline tales como el Waters 600E.

Cromatografía y técnicas afines

(CTA), Boletín del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines de la Sociedad Española de Química, es un medio de comunicación entre los miembros del GCTA, los profesionales que trabajan en cromatografía y técnicas afines y las firmas de instrumentación del sector.

CTA consta de las siguientes secciones:

- Palabras del presidente del GCTA.
- Noticias del GCTA (actividades, publicaciones...).
- Novedades técnicas (sección de información de los nuevos productos de las empresas colaboradoras con el GCTA).
- Artículos (científicos).
- Informaciones (congresos, reuniones, cursos y otros acontecimientos de interés).
- Libros.
- Correspondencia (preguntas y respuestas sobre problemas concretos de los lectores de CTA).

ARTICULOS (CIENTIFICOS)

Normas generales

CTA publica artículos relacionados con las técnicas de separación (cromatográficas, electroforéticas...), bien sobre investigación en las propias técnicas o de aplicación de las mismas.

Para publicar artículos en CTA **no** es imprescindible ser socio del GCTA.

El idioma de la revista es el castellano.

Los artículos pueden ser de los siguientes tipos:

- a) Trabajos originales de investigación.
- b) Revisiones bibliográficas.
- c) Artículos de divulgación.
- d) Series monográficas.

Los originales deberán enviarse por duplicado a uno de los editores de CTA. La extensión recomendada de los manuscritos es de 3 a 12 páginas, mecanografiadas a doble espacio, incluidas tablas, figuras y bibliografía. Los trabajos de investigación no deberán haberse publicado previamente.

Antes de supublicación todos los trabajos serán revisados por especialistas en el tema, quienes juzgarán la conveniencia de su publicación o propondrán a los autores las modificaciones oportunas.

Los artículos de los tipos b), c), d) tendrán formato libre. Los artículos del tipo a) se acogerán a las siguientes **normas**:

— Página primera. Título conciso que refleje el tema del trabajo. Nombre de los autores (inicial y apellido) con la dirección completa de cada uno de ellos. Resumen de 5 a 10 líneas.

— Páginas siguientes. El texto principal seguirá el formato tradicional: introducción, experimental, resultados y discusión, conclusiones y bibliografía.

— Nomenclatura. Los autores procurarán ajustarse a la nomenclatura recomendada por el GCTA, tal como ha sido publicada en boletines anteriores.

Referencias

Se citarán en el texto con números entre paréntesis. Las referencias completas se listarán, en el orden de aparición en el texto, en el apartado "bibliografía", según los siguientes ejemplos:

- (1) M.F. Mehran, W.J. Cooper, W. Jennings, HRC & CC 7 (1984) 215.
- (2) M.O. Andreae, "The Emission of Sulfur to the Remote Atmosphere: Background Paper" in *The Biogeochemical Cycling of Sulfur and Nitrogen in the Remote Atmosphere* (J.N. Galloway et al. Eds.) D. Reidel Publishing Co., Dordrecht, Holland (1985), p. 346.
- (3) D. Ambrose, "Gas Chromatography", Butterworks, London (1972), p. 234.

Tablas

Se enviarán en hojas separadas, con un breve encabezamiento y numeradas según el orden de aparición en el texto.

Figuras

Deberán poseer buena calidad para asegurar una correcta reproducción. Se enviarán en hojas separadas junto con un breve pie y numeradas por orden de aparición en el texto.

NOVEDADES TECNICAS

Las firmas colaboradoras con el GCTA disponen en cada número de un espacio gratuito para informar sobre las novedades de sus productos. La extensión máxima de los originales será de dos páginas mecanografiadas a doble espacio, incluidas gráficas y fotografías.

PUBLICIDAD

Cualquier firma puede publicar anuncios de sus productos, teniendo las empresas colaboradoras con el GCTA descuentos sobre las tarifas generales.

La adjudicación de los espacios destinados a publicidad se realizará, con validez de un año, por riguroso orden de petición

OTRAS SECCIONES

CTA agradecerá toda la información que reciba de sus lectores sobre asuntos de interés general en cromatografía y técnicas afines (cursos, conferencias, congresos, ofertas de trabajo, informes sobre el trabajo de grupos españoles y extranjeros, críticas de libros... o cualquier tipo de colaboración).

A su vez, CTA publicará, en la medida de lo posible, respuestas de especialistas a todas aquellas cuestiones concretas que formulen los lectores en relación con sus problemas en el laboratorio o con asuntos relacionados en general con la cromatografía y técnicas afines.

Para cualquier cuestión relacionada con CTA ponerse en contacto con:

— **Isabel Martínez Castro**

Instituto de Química Orgánica General, CSIC
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid. Tel. 262 29 00 (ext. 212)

— **Guillermo Reglero Rada**

Instituto de Fermentaciones Industriales, CSIC
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid. Tel. 262 29 00 (ext. 277).

Ofrecemos nuestros sistemas
de HPLC con la mayor garantía:
cuestión de confianza

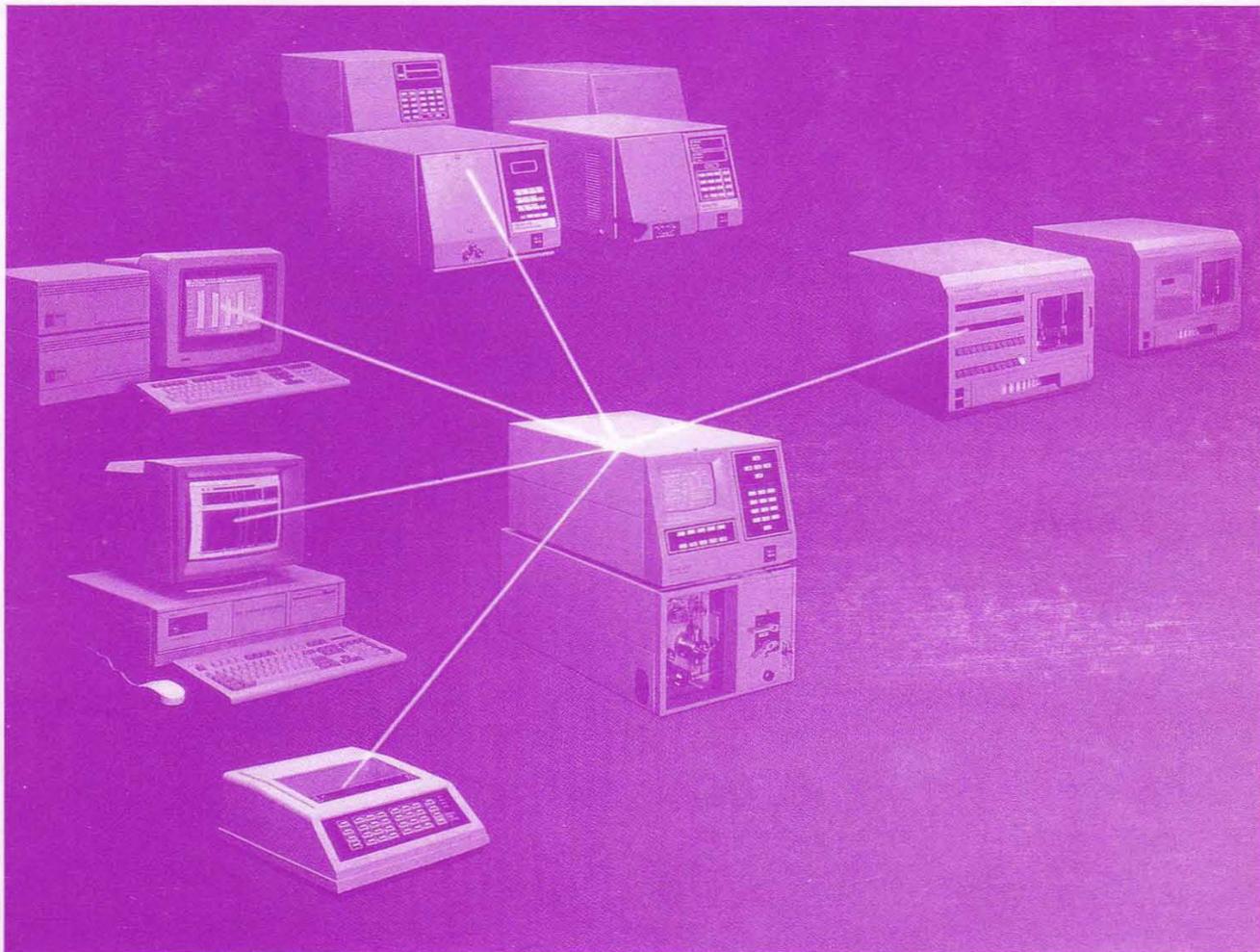


 **Spectra-Physics**

Novedades en Cromatografía

LASING, S.A. - Marqués de Pico Velasco, 64
Tel. 268 36 43 - 268 08 79 - 28027 MADRID

El poder de la Comunicación en HPLC



Sistema Powerline Waters Intercomunicación de módulos cromatográficos

El sistema Powerline de Waters es un nuevo concepto de control y comunicación para cromatografía líquida, que se aplica a sistemas modulares o compactos Waters.

Los sistemas cromatográficos Powerline permiten el control de la programación de gradientes, inyección y parámetros de detección desde un sólo teclado, ya sea el del propio programador de gradientes, Waters 600E, u ordenador personal.

La interconexión entre los distintos módulos del sistema cromatográfico facilita la documentación e impresión de las condiciones de trabajo en el informe analítico.

Entre los detectores conectables al sistema Powerline se incluyen el de fotodiodos, los UV-VIS

programables multicanal o de un sólo canal y el de índice de refracción. El sistema Powerline puede incluir también muestreadores automáticos WISP y sistemas de tratamiento de Datos.

Para ampliar información, o asistir a una demostración, pongase en contacto con la División de Cromatografía Waters de Millipore Ibérica, S.A. en:

Entenza, 28 Entlo.
08015 BARCELONA
Tel. (93) 325 96 16

Avda. del Llano Castellano, 13
28034 MADRID
Tel. (91) 729 03 00



Waters
Division of MILLIPORE