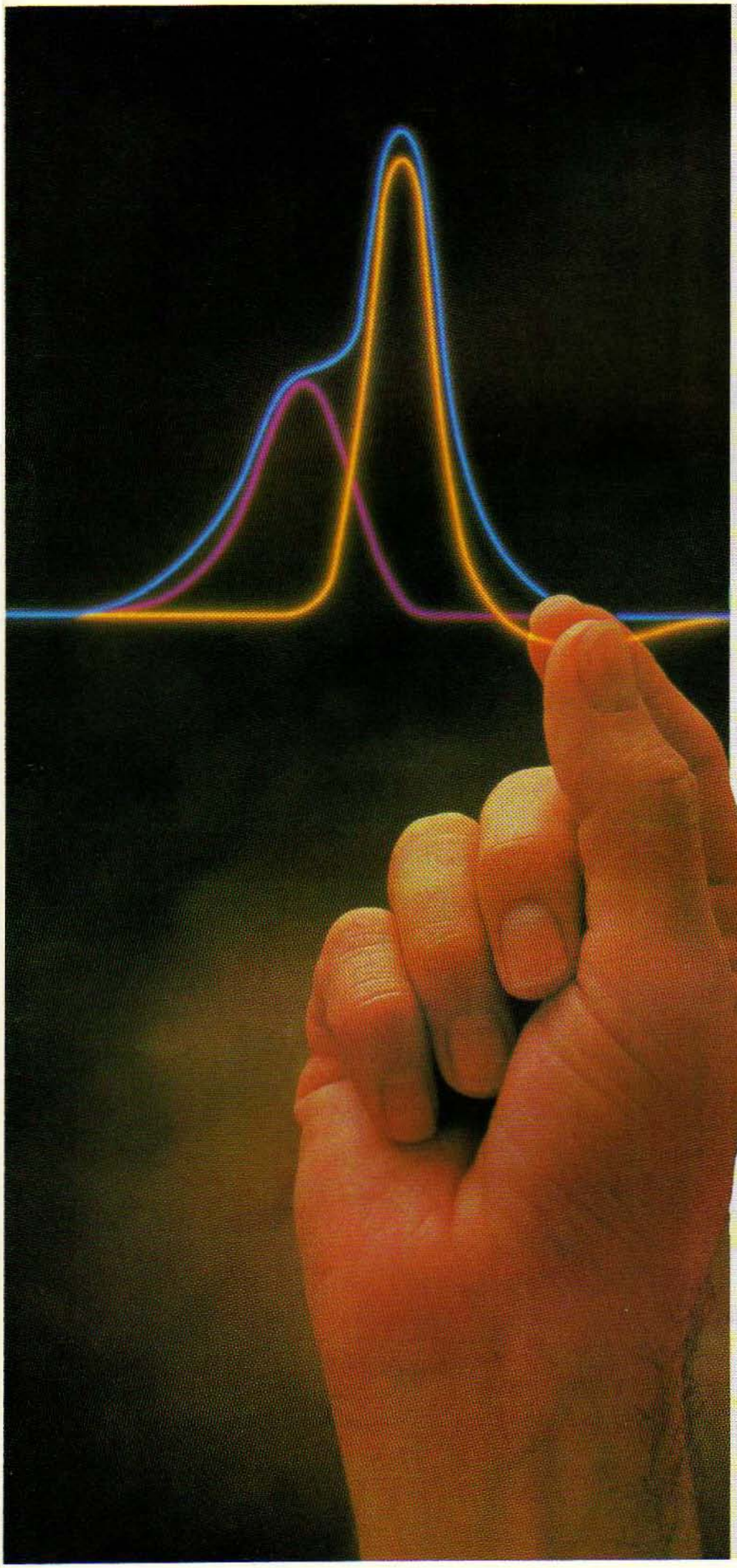
Cromatografía y Técnicas Afines

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

Volumen 11. Núm. 1 (1990)



Ahora el desarrollo de métodos en HPLC es fácil con el System Gold

System Gold™, el Cromatógrafo Personal™, el HPLC más avanzado, el más fácil de uso y aprendizaje.

Y ahora nos ofrece, la total automatización del desarrollo de métodos, incorporando a la red de comunicaciones System Gold™, nuestro nuevo Detector "Diode Array" Modelo 168 y el nuevo Inyector Automático Modelo 507.

Ud. puede adquirir de forma rápida y completa, información de espectros UV/VIS y de Pureza de Pico en Tiempo Real, a través de la detección por fotodiodos en circuito integrado y disponer de la versatilidad de programación del Inyector Automático 507.

Todo ello con un nivel de fiabilidad y automatismo no disponible hasta la fecha en ningún otro HPLC.

Y ESTO ES FACIL CON EL SYSTEM GOLD.

Aprecie personalmente la facilidad en el Desarrollo de Métodos Cromatográficos con el System Gold.

Contacte con BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

Estamos seguros de que se alegrará de esta decisión.

BECKMAN

INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

Avda. del Llano Castellano, 15
28034 MADRID (91-358 00 51)
Sabino de Arana, 46-48
08028 BARCELONA (93-339 97 16)

CROMATOGRAFIA Y TECNICAS AFINES
Madrid, julio de 1990. Vol. 11, núm. 1

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

INDICE

3 Palabras del presidente.

ARTICULOS

5 Análisis de residuos de pesticidas en productos agroalimentarios. Etapas previas al análisis, por J. Beltrán, F. Hernández Hernández y J.V. Sancho.

11 Análisis de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios por técnicas cromatográficas, por J.V. Sancho, J. Beltrán y F. Hernández Hernández.

23 Programa para el cálculo de la recuperación en procedimientos de extracción, por J. Tabera y G. Reglero.

NOTICIAS DEL GCTA

29 Reunión Anual 1990.

36 Nuevos socios.

INFORMACIONES

42 Reuniones celebradas.

48 Cursos.

50 Calendario de actividades.

INFORMACION BIBLIOGRAFICA

55 Reseña de libros.

55 Artículos de interés.

59 Publicaciones de los socios del GCTA.

NOVEDADES TECNICAS

64 De nuestras empresas colaboradoras

El diseño de la portada (realizado por G. Reglero y J. Sanz) ha sido posible gracias a la gentileza de Beckman Instruments España, S.A.

Editores: - 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

Publicidad: - José Luis Andreu
Instituto de Fermentaciones Industriales, CSIC
Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid, Tel. 262 29 00, ext. 288

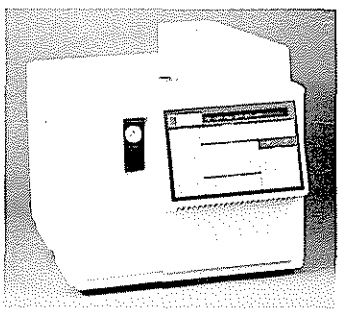
Depósito legal: M-1902-1975

Imprime: Helios, S.A., Conde de Cartagena, 18, Tel. 551 38 94 - 28007 Madrid.

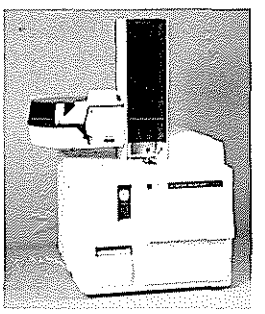
CHEMICONTROL

varian

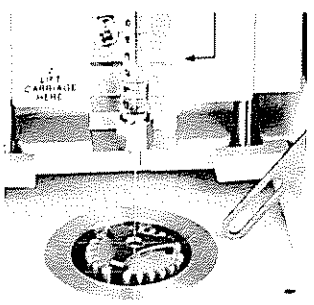
varian *GC* UNA RESPUESTA PARA CADA PROBLEMA ANALITICO



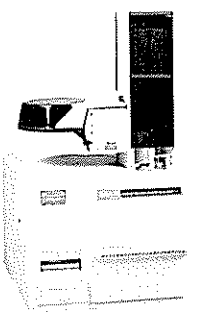
3300: Rutina



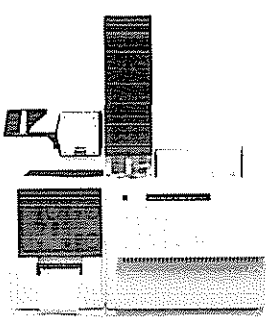
3400: Automatismo



3410: Alta temperatura



3500: Capilar



3600: Desarrollo de métodos

En España con la garantía **CHEMICONTROL**
Avda.de Pedro Díez, 25, 3º - 28019 MADRID - Tel. 91 / 472 76 12 - Fax 91 / 472 50 01
DELEGACION NORTE: OVIEDO - Tel. 985 / 25 12 91
DELEGACION LEVANTE: VALENCIA - Tel. 96 / 372 78 33

Palabras del presidente

El próximo mes de noviembre se celebrará en Barcelona una nueva edición de Expoquimia y como ya es tradicional el GCTA organizará en el marco de este prestigioso fórum de la química su reunión anual la cual cuando coincide con Expoquimia cada tres años se incluye en las Jornadas de Análisis Instrumental (JAI). Sin embargo, en esta ocasión atendiendo a la significativa interrelación existente entre las técnicas cromatográficas y las demás técnicas de análisis instrumental tales como las espectroscópicas y electroquímicas y de mutuo acuerdo con los grupos correspondientes, incluido el de Química Analítica, las Jornadas de Análisis Instrumental agruparán en un sólo programa común las reuniones específicas de cada uno de estos grupos.

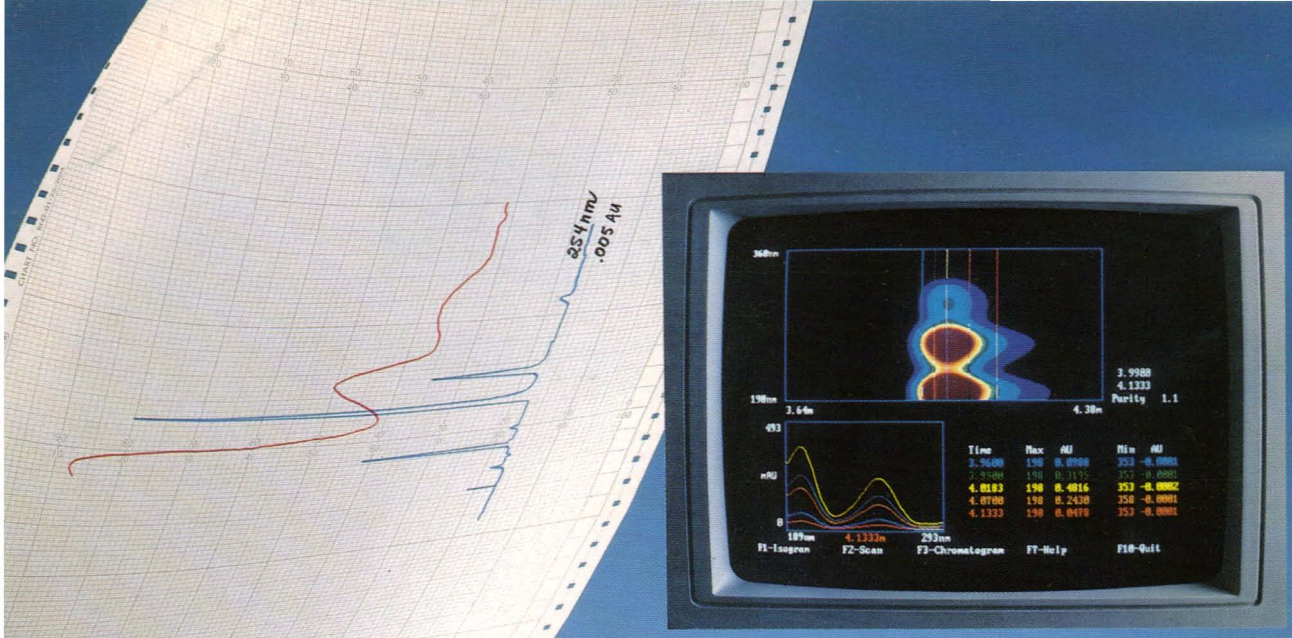
Es de esperar que de esta atrevida simbiosis saldremos todos beneficiados en cuanto a la riqueza y amplia cobertura científico-técnica del programa de trabajo. Cada día son menos las fronteras entre las diversas disciplinas y precisamente en un país de individualidades como el nuestro estimo como muy positivo el que nos esforcemos y aprendamos a dialogar unos con otros. Realmente pensamos que este enfoque podría ser un paso muy positivo para promover los contactos y fertilización cruzada entre varios grupos interesados por las distintas facetas de la moderna Química Analítica, tal como queda reflejado en el avance de programa que se incluye en este número del Boletín CTA. Por otro lado durante las jornadas y como es habitual cada año celebraremos la Junta General del GCTA debiendo proceder a la renovación de parte de los miembros de la Junta Directiva. Cualquier socio puede acceder a la junta siempre que cuente con el número de votos necesarios por lo que quisiera recordar una vez más que éste no es tan sólo un derecho de todos y cada uno de otros, sino también una obligación moral para todo aquel que se sienta capaz de contribuir a enriquecer el pluralismo e interés de las actividades propias del GCTA aportando ideas, tiempo y esfuerzo personal. Esperamos vuestras candidaturas.

Finalmente, aprovecho la oportunidad para sugerir que esta sección de Palabras del Presidente o de cualquier miembro de la Junta Directiva debería ir acompañada de una sección en la que se recogiesen las opiniones particulares de los socio del grupo. Quizás de este modo lo que ahora es un monólogo podría convertirse en un fructífero diálogo en el que todos pudiésemos participar. No olvidemos que de este boletín se editan 1.000 ejemplares por lo que si lo utilizamos bien puede ser muy útil como medio de difusión e intercambio de ideas u opiniones.

Espero que en las próximas JAI en Expoquimia podremos discutir estos y otros muchos temas de interés para el grupo.

Contamos con vuestra asistencia y participación activa en la reunión.

E. Gelpí



ELIJA DESDE SU PUNTO DE VISTA...

LDC Analytical le proporciona lo MAXIMO y lo MINIMO en equipos de HPLC con detección por fotodiode array.

MAXIMA sensibilidad con mínimo ruido.

MAXIMA linealidad de respuesta con mínimo efecto RI.

MAXIMA estabilidad de flujo con mínimas pulsaciones de línea de base.

MAXIMA rentabilidad con mínimo mantenimiento.

MAXIMA información con mínima complejidad usando el Software Thermo Chrom PDA.

y con la MAXIMA garantía de calidad.

LDC Analytical

MICRON ANALITICA, S.A.
"The HPLC People"
ANTONIA RUIZ SORO, 2 - 28028 MADRID - Tel. 361 24 40 - Fax 356 70 58

Análisis de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios. Etapas previas al análisis.

J. Beltrán, F. Hernández Hernández, J. V. Sancho
Laboratorio de Medio Ambiente y Dpto. de Química Analítica.
Col legi Universitari de Castelló, Apdo. 224, 12080 Castelló.

RESUMEN

El trabajo presentado forma parte de una serie de artículos en los que se trata la problemática de los plaguicidas y su repercusión en el medio ambiente y salud pública, poniendo especial interés en aquellos plaguicidas más utilizados en la práctica agrícola de la Plana de Castellón.

En este artículo se abordan los aspectos analíticos relacionados con la determinación de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios. Se consideran las diferentes etapas previas al análisis: extracción del plaguicida, clean-up del extracto obtenido y derivatización química.

Palabras clave: Determinación de residuos de plaguicidas, productos agroalimentarios, extracción, clean-up, derivatización química.

INTRODUCCION

Bajo el nombre de plaguicidas se agrupan diversos compuestos, tanto de origen natural como sintético, con propiedades biocidas para la fauna y la flora. Según su campo de aplicación se denominan fungicidas, herbicidas, insecticidas, nematicidas y molusquicidas, fundamentalmente. En sus moléculas presentan grupos funcionales característicos, de los cuales depende su acción, y que dan nombre a los diferentes grupos en que se clasifican: clorados, fosforados, nitrogenados y carbámicos, entre otros.

El peligro que encierra el uso indiscriminado de plaguicidas no radica tan sólo en la cantidad empleada en sus tratamientos y en su elevada toxicidad, sino también en su persistencia (especialmente en organoclorados) unida a sus propiedades de lenta degradabilidad, pudiendo permanecer en el medio ambiente durante años.

En la actualidad, existe un aparato legislativo que determina los límites máximos tolerables de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios, así como las prohibiciones y condiciones de comercialización de ciertos productos fitosanitarios. La determinación de residuos de plaguicidas en este tipo de productos es de gran interés, no sólo por el peligro que conlleva la presencia de estos contaminantes para la salud pública, sino también por los numerosos problemas planteados en la exportación de frutas y verduras a países que, como Suecia, Holanda y Estados Unidos, por citar unos ejemplos, realizan un riguroso control de productos vegetales importados.

El análisis de residuos de plaguicidas es probablemente uno de los temas más complejos de la Química Analítica, ya que es necesario aislar y determinar estos compuestos a niveles de hasta picogramos en muestras de matriz compleja, siendo frecuente la presencia de especies coextraídas que producen fuertes interferencias en los análisis.

En general, las muestras a analizar son muy complejas, por lo que el análisis no se puede realizar de forma directa, siendo necesario efectuar una serie de etapas previas cuya finalidad es preparar la muestra para favorecer la determinación del analito. En el análisis de residuos de plaguicidas estas etapas son sumamente importantes, ya que de ellas depende, en gran parte, la exactitud del método empleado. Dichas etapas previas son: la extracción del compuesto, el clean-up del extracto obtenido y la derivatización química.

A continuación, se tratan los aspectos más significativos de cada una de estas etapas aplicadas al análisis de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios.

EXTRACCION DEL PLAGUICIDA

La mayoría de métodos analíticos para la determinación de residuos de plaguicidas aplican una primera etapa que consiste en la extracción de los plaguicidas presentes en la muestra. En muchos casos, y principalmente en el análisis de frutas y verduras, es importante el método de contacto entre el disolvente extractante y la muestra.

En el caso de productos agroalimentarios, la extracción se realiza sobre la muestra finamente dividida y, en general, en un "blender". Así, existen numerosos trabajos en los que se utiliza el "blender" como primer paso, o, en su defecto, una perfecta homogeneización de la muestra mediante una trituración previa a la extracción (ALAWI, 1981; BUETTLER, 1981; WILSON, 1981; KITADA, 1982; BUSHWAY, 1984; OHLIN, 1986a, 1986b; CANO, 1987).

La extracción se realiza por medio de disolventes orgánicos, tendiéndose en la actualidad a la utilización de lo que se conoce como métodos universales de extracción. Se trata de procedimientos en los cuales todos y cada uno de los plaguicidas contenidos en la matriz de la muestra son transferidos a una fase orgánica (SHERMA, 1989). Debido a la gran variedad de compuestos utilizados como plaguicidas, desde compuestos no polares (insolubles en agua) hasta compuestos polares, es fácil entender que no existe ningún método de extracción verdaderamente universal, según la definición anterior. En el mejor de los casos, se pueden conseguir procedimientos relativamente universales. Para aplicar estos métodos, las muestras deben contener la misma cantidad de agua aproximadamente (entre el 60 y 90%), con el fin de eliminar los posibles problemas de repetibilidad derivados de las diferencias de matriz entre unas muestras y otras.

Un método universal de extracción debe cumplir básicamente dos condiciones: (1) los disolventes deben recuperar la mayor cantidad posible de plaguicidas presentes en la muestra y (2) deben eliminar la mayor parte de la matriz, de modo que la extracción tenga al mismo tiempo un cierto sentido de clean-up.

El procedimiento general se basa, en primer lugar, en utilizar un disolvente polar, miscible con el agua, capaz de extraer todos los plaguicidas, incluidos sus metabolitos. Este disolvente debe extraer, además, el agua, lo cual mejora la extracción cuantitativa de los plaguicidas. En segundo lugar, se realiza una partición con un disolvente no polar, que debe ser miscible con el disolvente orgánico polar utilizado en la extracción e inmiscible con el agua. De este modo, se forma un sistema ternario de disolventes que se separa en dos fases, una acuosa y otra orgánica. Con este procedimiento los plaguicidas se reparten de la fase acuosa a la orgánica en mayor o menor medida dependiendo de la solubilidad de cada plaguicida en ambas fases.

A continuación, se realiza un estudio de la evolución histórica de los métodos de extracción universales, concretado en dos disolventes, acetonitrilo y acetona, que son los más empleados para la extracción de plaguicidas en este tipo de procedimientos.

Acetonitrilo

El primer método de extracción basado en el uso de acetonitrilo, fue descrito por JONES y RIDDICK (1952), los cuales usaban posteriormente hexano como disolvente orgánico no miscible para la partición. Más adelante, otros autores realizaron la partición con pentano (MODDES y COOK, 1959) o bien con éter de petróleo (JOHNSON, 1962). MILLS *et al.* (1963) también utilizaron éter de petróleo, y además modificaron varios métodos de extracción anteriores proponiendo el denominado Método de Mills-Onley-Gaither (MOG). Posteriormente, STORHERR *et al.* (1971) observaron que los plaguicidas polares no se recuperaban adecuadamente en la partición con éter de petróleo y sustituyeron dicho disolvente por diclorometano.

Estos dos últimos métodos, el de Mills y el de Storherr, son los más utilizados actualmente en lo que a extracción con acetonitrilo se refiere.

Este disolvente se ha utilizado en varias ocasiones para la extracción de plaguicidas en frutas y verduras (ANALYTICAL METHODS COMMITTEE, 1977; CARSON, 1981; TACCHEO, 1984, 1985; PRIEBE, 1985), y hasta 1986 era el disolvente recomendado por la *Association of Official Analytical Chemists* para la determinación de residuos de plaguicidas en este tipo de muestras (AOAC, 1984).

Acetona

El otro disolvente ampliamente utilizado para la extracción de plaguicidas en muestras de frutas y verduras es la acetona. Mientras en Estados Unidos se desarrollaban métodos basados en el uso de acetonitrilo, en Europa se tendía al empleo de la acetona para métodos de extracción de plaguicidas.

El primer procedimiento con acetona fue desarrollado por GOODWIN *et al.* (1961), los cuales utilizaban hexano como disolvente para la posterior partición. Otros autores recomendaban el uso de éter de petróleo, diclorometano, o bien cloroformo para realizar la partición. Cabe destacar los métodos de GOODWIN *et al.* (1961), BATES (1965), SISSONS *et al.* (1968) y BECKER (1971), que fueron ya utilizados como métodos multirresiduo para la rápida determinación de plaguicidas.

El método de GOODWIN (1961) presentaba un problema similar al anteriormente mencionado de MILLS (1963) (extracción con acetonitrilo y partición con éter de petróleo), ya que al utilizar hexano como disolvente en la partición se producía la pérdida de los plaguicidas más polares, que quedaban en gran medida en la fase acuosa (agua-acetona). El método de BECKER (1971) utilizaba diclorometano y repetía la partición dos veces evitando así los problemas de pérdidas de los plaguicidas más polares.

LUKE *et al.* (1975) propusieron un método para la extracción de plaguicidas incluyendo una modificación: el extracto obtenido con acetona se particiona con una mezcla de éter de petróleo-diclorometano (1:1 v/v) resultando dos fases. La fase orgánica se separa, mientras que la fase acuosa se extrae de nuevo dos veces con diclorometano, combinándose las fases orgánicas con la obtenida en la primera partición.

Como conclusión se puede decir que con acetonitrilo es necesario que el disolvente orgánico utilizado para la posterior partición sea completamente miscible con él, ya que de lo contrario se produce la pérdida de los plaguicidas de mayor polaridad. Sin embargo, aparece un nuevo problema que es la dificultad en la eliminación del acetonitrilo (p.e.= 81.6 ºC). Así, LUKE *et al.* (1975) indican que en el método de STOHERR *et al.* (1971) con acetonitrilo se necesita más de una hora para concentrar el extracto y que, además, el acetonitrilo no puede ser eliminado totalmente. Por otro lado, comprueban que utilizando el procedimiento de MILLS *et al.* (1963), de los 50 plaguicidas más utilizados sólo 14 (28%) se recuperan satisfactoriamente.

Estas consideraciones ilustran las ventajas del uso de la acetona (p.e. = 56.2 ºC) como extractante, lo cual explica la aceptación de este disolvente en los laboratorios americanos para la extracción de plaguicidas, ya que hasta fechas recientes aplicaban el acetonitrilo para este fin. Así, el antiguo método de la AOAC, que utilizaba acetonitrilo o acetonitrilo-agua (AOAC, 1984), fue modificado en 1985 (AOAC, 1985) pasando a recomendar la acetona para la extracción de residuos de plaguicidas en alimentos no grasos, siendo adoptado el método definitivamente en 1986.

En la bibliografía se pueden encontrar diversas referencias sobre el uso de la acetona para la extracción de plaguicidas en frutas y verduras (LAWRENCE, 1977; FERREIRA, 1980; BUETTLER, 1981; AMBRUS, 1981; JAMES, 1984; BUSHWAY, 1984; BICCHI, 1985; SPITTLER, 1986). Asimismo, el *National Food Administration* de Suecia utiliza este disolvente para la determinación de 133 plaguicidas en frutas y verduras por cromatografía de gases en columnas capilares (ANDERSON, 1986).

En resumen, un procedimiento general para todos los métodos universales de extracción se puede concretar en los siguientes pasos (SHERMA, 1989):

En resumen, un procedimiento general para todos los métodos universales de extracción se puede concretar en los siguientes pasos (SHERMA, 1989):

1.-Extracción de la muestra con acetona o acetonitrilo.

2.-Filtración del extracto.

3.-Partición de los plaguicidas con un disolvente orgánico inmiscible con agua, con adición de cloruro sódico.

4.-Eliminación del agua de la fase orgánica por adición de diclorometano o éter de petróleo (sólo si se usa acetona).

5.-Secado de la fase orgánica con sulfato sódico anhidro.

6.-Evaporación de la fase orgánica para el análisis posterior por cromatografía.

Por otro lado, en la bibliografía existen referencias sobre el uso de otros disolventes para la extracción de plaguicidas en muestras de frutas y verduras. Algunos ejemplos son: metanol (KRAUSE, 1980, 1983; WILSON, 1981; HOLLAND, 1983; BRANDSTETEROVA, 1986), acetato de etilo (ALAWI, 1981; KITADA, 1982; SULTATOS, 1982; BLAICHER, 1982; CANO, 1987); apolares como diclorometano (FOGY, 1980; COCHRANE, 1981), éter de petróleo (CABRAS, 1982), benceno (CABRAS, 1982; CANO, 1987); o mezclas de éstos, como diclorometano/metanol (OHLIN, 1986a, 1986b), acetano/metanol (BOTTOMLEY, 1984) o acetona/éter de petróleo (AGNEESSENS, 1984). En casos más particulares se han utilizado EDTA/OH^- (GUSTAFSSON, 1981, 1983) y $EtOH/H_2SO_4$ (BUSLIG, 1982).

Es de especial interés el trabajo de STEINWANDTER (1985) que propone un método on-line para la extracción de plaguicidas, agrupando las cuatro primeras etapas del método general de extracción, descrito anteriormente, en un único paso, con lo que se reducen considerablemente los errores debidos a las particiones, filtraciones y siguientes medidas de volumen. El procedimiento general consiste en añadir a la muestra directamente en un "blender", un volumen de acetona (o acetonitrilo), unos 30 g de cloruro sódico y un volumen de diclorometano o éter de petróleo. Se agita a alta velocidad durante unos dos minutos y se separa la fase orgánica; se seca con sulfato sódico anhidro y se toman unos 200 ml que se concentran hasta 3-5 ml. Estos extractos se analizan directamente o se someten a procedimientos de clean-up.

Las ventajas de este método on-line son las siguientes:

1.-La extracción y partición, así como la eliminación del agua, se lleva a cabo en unos dos minutos.

2.-Se produce una separación de fases instantánea.

3.-No es necesario filtrar el extracto de la muestra o añadir Celite.

4.-No es necesario mezclar el extracto de la muestra en un embudo de decantación con cloruro sódico, diclorometano o éter de petróleo.

5.-La cantidad de agua en el extracto de la muestra no afecta al resultado final.

6.-No es necesario considerar factores de concentración acetona-agua.

7.-Es posible la miniaturización del método.

8.-Se pueden realizar en el mismo recipiente varios pasos de la extracción.

CLEAN-UP DEL EXTRACTO

Generalmente, el extracto obtenido, siguiendo cualquiera de los procedimientos indicados anteriormente, contiene, además de los plaguicidas, una serie de compuestos coextraídos que pueden interferir en la determinación. Se hace, en muchos casos, necesario eliminar estas sustancias interferentes. Para ello, se recurre a procedimientos de clean-up, que son métodos de separación por medio de los cuales los plaguicidas se recuperan completamente del extracto de la muestra eliminándose, al mismo tiempo, todas las sustancias coextraídas.

Estos métodos de purificación del extracto, previos al análisis por cromatografía, se pueden llevar a cabo de diversas maneras:

a) La técnica más fácil es una simple partición líquido-líquido en un embudo de separación. El extracto inicial se limpia en profundidad con otro disolvente y se espera que el analito se extraiga en una de las dos fases, mientras que la mayoría de los componentes interferentes se quede en la otra. Este procedimiento ya se ha comentado en el apartado anterior sobre extracción.

b) Actualmente se tiende al uso de la cromatografía líquida en columna para realizar el clean-up. Para ello, se puede utilizar cualquiera de las posibilidades de cromatografía líquida, tanto por procesos de partición, adsorción, intercambio iónico o permeación en gel. La elección de uno u otro tipo de CL como método de clean-up viene determinado por una serie de factores tales como: peso molecular, solubilidad en agua, propiedades iónicas y polaridad, entre otros.

La cromatografía de intercambio iónico tiene una limitada aplicación debido a que sólo los plaguicidas no iónicos pueden ser extraídos por los disolventes orgánicos.

La cromatografía de adsorción y la de partición tienen una mayor aplicación como procedimientos de clean-up. Existen diversas referencias sobre el uso de estos procedimientos como métodos de clean-up (LAWRENCE, 1977; KRAUSE, 1980, 1983; BUETTLER, 1981; AMBRUS, 1981; CARSON, 1981; BLAICHER, 1982; HOLLAND, 1983; AOAC, 1984; BOTTOMLEY, 1984; BUSHWAY, 1984; JAMES, 1984).

Por último, la separación de plaguicidas e interferentes de la muestra se puede conseguir satisfactoriamente por cromatografía en gel. Esta técnica efectúa la separación en función del peso molecular, lo cual permite su aplicación a muestras conteniendo plaguicidas de muy diversas polaridades. Generalmente, en estos procedimientos los plaguicidas eluyen después de los interferentes, de forma contraria a lo que ocurre con otras técnicas de CL (adsorción o partición). El característico comportamiento de la elución en este tipo de procedimientos presenta una serie de ventajas:

- prácticamente todos los plaguicidas eluyen rápidamente en una única banda sin necesidad de utilizar elución con gradiente.
- se puede conocer el volumen a que van a eluir los plaguicidas, de modo que es muy sencilla su automatización.
- no se producen pérdidas durante esta etapa de clean-up, ya que, entre otros factores, no existen fuerzas de adsorción durante la elución.

Entre los numerosos procedimientos basados en el uso de la cromatografía de permeación en gel (PFLUGMACHER, 1974; WALTZ, 1975; JOHNSON, 1976; BUETTLER, 1981; OHLIN, 1986a, 1986b), cabe destacar un nuevo método que utiliza como eluyente acetona (SHERMA, 1989) y un gel Bio-Beads S-X3. Las ventajas que presenta este procedimiento son fundamentalmente:

- Utiliza como eluyente el mismo disolvente usado para la extracción de la muestra (acetona).
- Se evitan largos procesos de evaporación del eluyente.
- Se minimiza el número de disolventes utilizados.
- La acetona es menos tóxica que la mayoría de disolventes empleados y tiene un punto de ebullición bajo.

c) En algunos casos, se realizan tratamientos ácidos o alcalinos con el fin de purificar el extracto de la muestra. Así en Pesticide Analytical Manual (PAM, Vol. I, 211.15b) se describe el uso de una columna de Celite impregnado de ácido sulfúrico para realizar el clean-up de extractos que contienen DDT y otros plaguicidas organoclorados. La hidrólisis alcalina (PAM, Vol. I, 211.15d) es efectiva en algunos casos como método de clean-up para compuestos organoclorados estables (aldrin, dieldrin, endrin, PCB, etc.).

También cabe citar el clean-up realizado sobre extractos orgánicos que contienen herbicidas acídicos mediante un tratamiento con disolución diluida de bicarbonato sódico, de modo que los herbicidas pasan a la fase acuosa mientras que la mayor parte de especies coextraídas quedan en la fase orgánica (MOYE, 1981a).

d) Otro procedimiento de clean-up es el conocido como "Sweep Codistillation", técnica que se basa en la volatilización preferente de los plaguicidas u otros compuestos orgánicos frente a los lípidos o extractos de plantas, utilizando para ello una corriente de gas inerte y reteniendo posteriormente estos volátiles en filtros fríos o adsorbentes sólidos. (MOYE, 1981b; SHERMA, 1989).

e) También son útiles los cartuchos desechables *(Sep-Pak)* que contienen sílica, C_{18} o Florisil para el clean-up de la muestra. Esta es una técnica sencilla, frecuentemente utilizada para el clean-up en el análisis de residuos de plaguicidas en productos hortofrutícolas (COCHRANE, 1981; WILSON, 1981; BUSLIG, 1982; JAMES, 1984; TACCHEO, 1984, 1985; BICCHI, 1985; PRIEBE, 1985; OHLIN, 1986a, 1986b).

DERIVATIZACION QUIMICA

La identificación de los plaguicidas, así como su cuantificación de forma directa, es difícil de llevar a cabo en muestras de matriz compleja, debido al gran número de picos que aparecen en los cromatogramas obtenidos. Por ello, se han desarrollado un gran número de procedimientos analíticos cuyo fin es la confirmación de la identidad de los plaguicidas contenidos en una muestra. Suele ser frecuente, por tanto, la aplicación de procesos de derivatización previamente al análisis por cromatografía, y ello se debe a varias razones:

- mejorar la extracción o preseparación de los compuestos de interés del resto de la matriz de la muestra.
- aumentar la volatilidad de sustancias con puntos de ebullición demasiado altos.
- mejorar la separación por cromatografía, reduciendo la polaridad de los compuestos o variando los valores de constantes de afinidad por la fase estacionaria de pares de compuestos.
- modificar la respuesta del detector para diferentes compuestos de la mezcla, con el fin de facilitar su identificación.
- aumentar el factor de respuesta del detector para algunos de los componentes de la muestra.

En el análisis por cromatografía de gases, la derivatización química puede llevarse a cabo off-line (generalmente en fase líquida) antes de la inyección en el sistema cromatográfico; o bien on-line, de manera que los compuestos eluidos y detectados son distintos de los presentes en la muestra a original.

• Derivatización química off-line

Este tipo de derivatización se realiza antes de inyectar la muestra en la columna, es decir, fuera del sistema cromatográfico. Normalmente se emplean reactivos líquidos aunque también existen referencias sobre el empleo de ciertos reactivos sólidos.

Una de las reacciones más utilizadas en procesos de derivatización química es la deshidrocloración de plaguicidas halogenados. Para ello se han usado como reactivos bases fuertes, como terbutóxido potásico en terbutanol y metóxido sódico en metanol (CHAU, 1969a; 1969b). Pero los reactivos más empleados con este fin suelen ser KOH, bien en disolución etanólica o bien efectuando la reacción en microrreactor, inyectando posteriormente en el cromatógrafo (KRAUSE, 1972; YOUNG, 1972; CHAU 1974; HERNANDEZ, 1987).

El Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente (UNEP, 1986a; UNEP, 1986b) recomienda la deshidrocloración con KOH etanólica para la confirmación de pp'-DDT y pp'-DDD en muestras marinas, transformándolos en pp'-DDE y pp'-DDMU, tanto usando la cromatografía de gases capilar como en columnas de relleno.

Otros reactivos utilizados para la derivatización química en procedimientos de análisis de plaguicidas por cromatografía de gases son mezclas alúmina-ácido sulfúrico-agua (CHAU, 1974); alúmina-hidróxido potásico o alúmina-terbutóxido potásico (CHAU, 1972); 1,5-diazobiciclo (5.4.0) undec-5-eno (MILES, 1972).

• Derivatización química on-line

En este procedimiento la reacción de derivatización se realiza dentro del mismo sistema cromatográfico y antes de la inyección en la columna. En estos casos, la reacción se debe llevar a cabo en fase gaseosa con reactivos sólidos, generalmente en un microrreactor situado antes de la columna. Para tal fin, se puede emplear un simple tubo de vidrio, o bien la propia cabeza de la columna, conteniendo el reactivo.

Una posibilidad consiste en rellenar la cabeza de la columna con un soporte inerte (Chromosorb 80/100 mallas) recubierto del reactivo (en general KOH o NaOH), rellenando unos 60 cm de la columna (PASTOR, 1987). En este caso es necesario disponer de dos columnas, una con el relleno alcalino y otra sin él, para comparar los resultados.

Otro procedimiento consiste en modificar el inyector del cromatógrafo acoplando una precolumna con el reactivo sobre un soporte inerte; de este modo, la derivatización se produce en el mismo momento de la inyección (MINYARD, 1965; MILLER, 1969), necesitándose únicamente una columna pero con dos inyectores, uno de los cuales está acoplado a la precolumna

Otros autores modifican el inyector del cromatógrafo rellenando el *glass-liner* con el reactivo utilizado (KOH, NaOH, MgO); así, para realizar los análisis sin derivatización no hay más que cambiar dicho *glass-liner* (LUCKAS, 1978; PASTOR, 1987; BROTO, 1982).

En cromatografía líquida la derivatización se utiliza generalmente para mejorar la detección (produciendo un aumento de sensibilidad o selectividad) o bien para mejorar la separación de los compuestos de la muestra La derivatización en HPLC puede llevarse a cabo en modo precolumna y postcolumna.

• Derivatización precolumna

La derivatización en precolumna implica la formación de un derivado, mediante una reacción química, antes de la separación de los componentes de la muestra. Es conveniente utilizar reactivos y condiciones que generan los menores subproductos posibles, para evitar un clean-up externo a la columna y previo a la inyección. La situación más favorable sería la realización de estas reacciones en un reactor situado on-line con la columna.

En la bibliografía existen varias referencias sobre el uso de estas reacciones de derivatización química en precolumna con diversos reactivos, previamente al análisis por HPLC (BORCH, 1975; DURST, 1975; LAWRENCE, 1976; SELIM, 1978; ROSEBOOM, 1982)

• Derivatización postcolumna

La derivatización en postcolumna implica la mezcla del eluyente de la columna con un flujo constante de disolución de reactivo, introduciéndose posteriormente en el detector.

En algunos casos, el reactivo tiene la única finalidad de modificar un parámetro del eluyente, como puede ser el pH, para poner de manifiesto una característica del analito que, de otro modo, pasaría inadvertida (HUNTER, 1983a; 1983b).

Sin embargo, el procedimiento más utilizado en HPLC es el marcado fluorescente, que ha encontrado diversas aplicaciones en el análisis de residuos de plaguicidas: determinación de N-metilcarbamatos (MOYE, 1977; KRAUSE, 1980); Aldicarb y Butocarboxim (AHARONSON, 1985); Glifosato (MOYE, 1983); así como para analizar compuestos organosulfurados mediante reacción con flùor, dando lugar a un compuesto quimioluminiscente que emite en la zona UV-Visible (MISHALANTE, 1986).

Otros autores proponen el uso de reactivos sólidos para llevar a cabo la reacción, mediante catálisis heterogénea en un reactor empaquetado con un intercambiador iónico (NONDEK, 1983); así como la derivatización enzimática para la detección de inhibidores de la acetilcolinesterasa (plaguicidas organofosforados, carbamatos...) usando detección fluorescente (MOYE, 1976).

BIBLIOGRAFIA

AOAC. Arlington VA. 1984. Sec 29. "Pesticide and Industrial Chemical Residues".

AOAC. 1985, *J. Assoc Off. Anal. Chem* . 68. 385.

AGNEESSENS. R ; ZENON-ROLAND. L ; NANGNIOT. P.. 1984. *HRC CC J High Resolut Chromatogr Chromatogr Commun*., 7, 533.

AHARONSON, N ; MUSZKAT. L ; KLEIN. M . 1985. *Phytoparasitica*, 13, 129-

ALAWI, M A ; RUESSEL. H A . 1981. *Fresenius Z. Anal Chem* . 309. 8

AMBRUS. A ; LANTOS, J ; VISI. E ; CSATLOS. I ; SARVARI. L . 1981, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 64. 733.

ANALYTICAL METHODS COMMITTEE. 1977. *Analyst*, 102. 858

ANDERSSON. A ; OHLIN. B , 1986. *Vaar Föda*. 38 Suppl 2. 79

BATES, J A R., 1965, *Analyst*, 90. 453.

BECKER, J . 1971, *Dtsch Lebensm.-Rundsch*.. 67, 125.

BICCHI. C ; D'AMATO, A ; TONUTTI. I ; TACCHEO, M B.. 1985, *Chromatographia*. 20. 219.

BLAICHER. G ; PFANNHAUSER. W.; WOIDICH, H , 1982, *Recent. Dev. Food Anal , Proc Eur. Conf. Food Chem.. 1st 1981*. 437.

BLOMKVIST. G., 1986. *Vaar Föda*. 38 Suppl. 2, 125

BORCH. R.F , 1975, *Anal Chem*.. 47, 2437

BOTTOMLEY, P.; BAKER, P. 1984, *Analyst*. 109, 85.

BRANDSTETERIOVA. E ; LEHOTAY. J ; LISKA, O GARAJ, J , 1986. *J Chromatogr*.. 354. 375.

BROTO. F ; GASSIOT. M ; MARTINEZ, R.. 1982, *VI Journées Etud Pollutions*, Cannes, C I.E S M , 449.

BUETTLER. B ; HOERMANN. W D.. 1981. *J Agric Food Chem* , 29. 257

BUSHWAY, R.J.; BUREAU, J L ; AL-JERAYED, A., 1984. *J. Lliq CHROMATOGR* . 7. 1185

BUSLIG, B.S , 1982. *J. Chromatogr*.. 247. 193

CABRAS. P.; DIANA. P ; MELONI. M ; PIRISI. F M , 1982. *J Agric. Food Chem.*, 30, 569

CANO. P.; DE LA PLAZA. J.L ; MUÑOZ-DELGADO, L . 1987. *J. Agric. Food Chem* , 35. 144

CARSON. L J.. 1981, *J. Assoc. Off. Anal Chem.*, 64, 714

CHAU. A S.Y . COCHRANE. W.P . 1969a. *J Assoc. Off. Anal. Chem.*, 52, 1092.

CHAU, A S.Y . COCHRANE. W.P . 1969b. *J Assoc. Off. Anal. Chem.*, 52, 1220.

CHAU, A.S.Y.. LANQUETTE. M., 1972. *J Assoc Off. Anal Chem*.. 55, 1058.

CHAU, A S.Y.. 1974, *J. Assoc. Off. Anal Chem* . 57.

COCHRANE. W.P.; LANQUETTE, M . 1981. *J Assoc Off Anal Chem*., 64. 724

DURST, H.D.; MILANO. M.; KIKTA jr E.J , CONNELLY. S A ; GRUSHKA. E , 1975. *Anal. Chem* , 47, 1797.

FERREIRA. J R ; FERNANDES, A M S S . 1980. *J. Assoc Off Anal. Chem.*, 63, 517

FOGY, I ; SCHMID, E.R , 1980, *Ernaehrung*, 4. 4

GOODWIN. E S ; GOULDEN, R.; REYNOLDS. J.G.. 1961, *Analyst*. 86, 697.

GUSTAFSSON, K H ; THOMPSON, R A . 1981. *J. Agric Food Chem*.. 29, 729

GUSTAFSSON, K H ; FAHLGREN. C H . 1983. *J Agric. Food Chem*. 31, 461.

HERNANDEZ, F.; LOPEZ. F.J.; MEDINA. J ; BARBERA. J.C , 1987, *J. Assoc. Off. Anal. Chem*., 70.

HOLLAND, P T ; McGHIE. T K , 1983. *J Assoc Off. Anal Chem* , 66, 1003.

HUNTER. K. 1983a, *J Chromatogr*.. 270. 267

HUNTER. K.. 1983b, *J. Chromatogr*., 270. 277

JAMES. J.P.; SPENCE. J H ; FORD. J.H . 1984, *J Assoc. Off Anal. Chem* , 67. 1091.

JOHNSON. L , 1962, *J. Assoc. Off. Anal. Chem* , 45, 363.

JOHNSON. L D.; WALTZ, R H ; USSARY, J P ; KAISER, F.E.. 1976, *J. Assoc Off. Anal Chem*. 59, 174

JONES. L R ; RIDDICK, J.A , 1952, *Anal Chem* , 24, 569

KITADA. Y ; SASAKI. M ; TANIGAWA, K., 1982, *J Assoc. Off. Anal. Chem* , 65, 1302

KRAUSE, R T., 1972. *J. Assoc. Off. Anal Chem* , 55.

KRAUSE, R T., 1980. *J. Assoc Off Anal Chem* , 63, 1114

KRAUSE, R T ; AUGUST, E M . 1983. *J Assoc. Off. Anal. Chem* , 66, 234.

LAWRENCE, J F ; FREI, R W . 1976, *Chemical derivatization in liquid chromatography*, Elsevier. Amsterdam.

LAWRENCE, J F. 1977, *J. Agric. Food Chem* , 25, 211.

LUCKAS, B ; PSCHEIDL, H ; HABERLAND, D , 1978, *J. Chromatogr*, 147, 41

LUKE, M.A ; FROBERG, J.E.; MASUMOTO, H T., 1975, *J Assoc Off Anal Chem*, 58, 1020

MILLES, J., 1972, *J Assoc Off Anal Chem.*, 55, 1039

MILLER, G A ; WELLS, C E , 1969, *J Assoc Off. Anal. Chem*, 52, 1969.

MILLS, P.A.; ONLEY, J.H ; GAITHER, R A , 1963, *J Assoc. Off. Anal. Chem.*, 46, 186.

MINYARD, J.P.; JACKSON, E R , 1965, *J Agric. Food Chem*, 52

MISHALANE, E A ; BIRKS, J.W., 1986, *Anal Chem*, 58, 918.

MODESS, R.E.J.; COOK, J W , 1959, *J Assoc Off. Anal Chem*, 42, 208.

MOYE, H A ; WADE, T.E., 1976, *Anal. Lett.*, 9, 891.

MOYE, H.A.; SCHERER, S J ; ST JOHN, P.A., 1977, *Anal. Lett.*, 10, 1049.

MOYE, H A., 1981a, *"Analysis of Pesticide Residues"*, Eds. John Wiley & Sons, New York, 1981, pag. 223.

MOYE, H A., 1981b, *"Analysis of Pesticide Residues"*, Eds. John Wiley & Sons, New York, 1981, pag 263

MOYE, H.A.; MILES, C.J ; SCHERER, S J , 1983, *J. Agric. Food Chem.*, 31, 69.

NONDEK, L ; FREI, R W.; BRINKMAN, U.A.T., 1983, *J Chromatogr.*, 282, 141.

OHLIN, B.; FLYGH, E , 1986a, *Vaar Föda*, 38 Suppl. 1, 56.

OHLIN, B., 1986b, *Vaar Föda*, 38 Suppl. 2, 111.

PASTOR, A ; MEDINA, J ; MELERO, R ; HERNANDEZ, F , 1987, *J. Environ. Anal Chem.*, 30, 285.

PFLUGMACHER, J.; EBING, W , 1974, *J. Chromatogr.*, 93, 457

PRIEBE, S.R ; HOWELL, J.A., 1985, *J. Chromatogr.*, 324, 53.

ROSEBOOM, H ; GREVE, P.A., 1982. En *"Pesticide Chemistry: Human Welfare and the Environment"* J. Miyamoto & P.C. Kearney, eds , Vol. 4, pp. 111-116 Pergamon Press, New York.

Ross, M.S.F., 1977, *J. Chromatogr.*, 141, 107.

SELIM, S ; COOK, R F., 1978, *J. Agric. Food Chem*, 26, 106.

SHERMA, J., 1989, *'Pesticides and Plant Growth Regulators. Volume XVII Advanced Analytical Techniques"*, Eds. Academic Press Inc., San Diego, 1989.

SISSONS, D.J ; TELLING, G.M ; USHER, C D , 1968, *Chromatogr.*, 33, 435

SPITTLER, T.D.; MARAFIOTI, R.A.; HELFMAN, G.W.; MORSE, R A., 1986, *J. Chromatogr.*, 352, 439.

STEINWANDTER, H., 1985, *Fresenius' Z Anal Chem.*, 321, 600.

STORHERR, R W ; OTT, P ; WATTS, R R., 1971, *J Assoc Off. Anal. Chem.*, 51, 513.

SULTATOS, L G ; COSTA, L G ; MURPHY, S.D., 1982, *Chromatographia*, 15, 669.

TACCHEO, M.B.; SPESSOTTO, C ; BRESIN, B ; BAGAROLO, L , 1984, *Pestic. Sci.*, 15, 612.

TACCHEO, M.B ; BAGAROLO, L.; PARONI, S , 1985, *Inf. Fitopatol.*, 35, 41.

UNEP/IOC/IAEA, 1986a Reference Methods for Marine Pollution Studies No. 14, Rev. 1.

UNEP/IOC/IAEA, 1986b. Determination of DDTs and PCBs by Capillary Gas Chromatography/Electron Capture Detection. Reference Methods for Marine Pollution Studies No. 40.

WALTZ, R.H., 1975, *12th Ann. Pest. Conf., Fla. Dept Agr.*, Palm Beach, Florida.

WILSON, A.M.; BUSHWAY, R J., 1981, *J. Chromatogr.*, 214, 140.

YOUNG, S.J V.; BURKE, J.A., 1972, *Bull. Environ Contam. Toxicol.*, 7, 160

* * *

Análisis de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios por técnicas cromatográficas.

J. Beltrán, F. Hernández Hernández, J. V. Sancho
Laboratorio de Medio Ambiente y Dpto. de Química Analítica.
Col legi Universitari de Castelló, Apdo. 224, 12080 Castelló

RESUMEN

En este artículo se estudia la determinación analítica de los plaguicidas mediante técnicas cromatográficas, centrándose fundamentalmente en el uso de la cromatografía de gases (en columna de relleno y capilar) y de la cromatografía líquida de alta resolución, así como en los distintos tipos de detectores usados para la identificación y cuantificación de los plaguicidas.

Las etapas previas a la determinación propiamente dicha del plaguicida, es decir, la extracción del plaguicida, el proceso de clean-up y la derivatización química, se han abordado en el artículo anterior.

Palabras clave: Determinación de residuos de plaguicidas, productos agroalimentarios, cromatografía de gases, cromatografía líquida de alta resolución.

INTRODUCCION

El análisis de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios se realizaba, hasta la década de los sesenta, aplicando prácticamente un procedimiento de análisis individual para cada compuesto. Sin embargo, al incrementarse de forma importante el número de plaguicidas utilizados, actualmente resulta poco práctico aplicar un gran número de métodos individuales para los compuestos que puedan encontrarse en una muestra. Además, en muchos casos, se desconoce el tratamiento a que ha sido sometida la muestra, por lo que a priori no se puede saber qué plaguicidas están presentes en la misma.

En la actualidad, las técnicas cromatográficas son, sin duda, las más utilizadas para el análisis de residuos de plaguicidas en muestras hortofrutícolas. Estas abarcan desde el análisis cualitativo y semicuantitativo de la cromatografía en capa fina hasta el análisis multirresidual por cromatografía líquida y de gases. Gracias al desarrollo de dichos métodos multirresiduales, utilizando la cromatografía con sistemas de detección muy sensibles, ha sido posible determinar una amplia gama de plaguicidas en un único análisis.

A continuación, se estudian los aspectos más relevantes de las técnicas cromatográficas (de gases, líquida y de capa fina) aplicadas a la determinación de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios.

ANALISIS DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS POR CROMATOGRAFIA GASEOSA

La cromatografía de gases es, sin lugar a dudas, la técnica más utilizada para la determinación de residuos de plaguicidas en diversos tipos de muestras.

El empleo de esta técnica para el análisis de plaguicidas requiere una cuidadosa elección de la columna analítica y el detector empleado. A continuación, se consideran los aspectos fundamentales relacionados con estos dos parámetros:

Columnas

En el análisis de residuos de plaguicidas es especialmente importante la elección de la columna; a pesar del gran número de fases estacionarias existentes, sólo unas cuantas se utilizan con este fin. Las más usadas contienen DC-200, OV-1, OV-17, OV-101, OV-210, QF-1 y SE-30, o mezclas de ellos (Tabla 1).

Tabla 1. Fases estacionarias utilizadas comúnmente en el análisis de plaguicidas mediante cromatografía de gases.

Designación	Nombre químico	Desig. equival.
DC-200	Metil silicona	OV-1, OV-101, SE-30, SP-2100, DC-11, SF-96
QF-1	Trifluoropropilmetil silicona	OV-210, SP-2401
SE-30	(Ver DC-200)	
SE-52	Metil silicona, 10% fenil sustituida	OV-3
SF-96	(Ver DC-200)	
XE-60	Cianoetilmetil silicona	OV-225
OV-17	Metil silicona, 50% fenil sustituida	
OV-7	Metil silicona, 20% fenil sustituida	
OV-210	(Ver QF-1)	
DEGS	Dietilenglicol succinato	

La cromatografía de gases se utiliza tanto con columnas de relleno como con las nuevas columnas capilares; en la actualidad, se tiende al uso de estas últimas debido a sus mejores prestaciones, por lo cual la cromatografía capilar se denomina también cromatografía de gases de alta resolución. Se usan columnas abiertas con una película de fase estacionaria recubriendo la cara interna de las mismas. Este tipo de columnas fue introducido en 1957 por M.J.E. Golay; con ellas se consigue un gran aumento en la capacidad de separación en comparación con las columnas de relleno.

En un principio las columnas capilares eran de vidrio, lo que presentaba problemas debido a fragilidad de las mismas. Sin embargo, esta situación ha cambiado drásticamente con la utilización de las columnas flexibles de silica fundida. Dichas columnas son menos frágiles que las delicadas columnas de vidrio, más fáciles de manejar, y presentan una superficie más inerte junto con una menor adsorción de componentes activos que las columnas de vidrio.

Las fases estacionarias utilizadas en columnas capilares son similares a las empleadas en columnas de relleno, aunque se diferencian en la cantidad de fase empleada, que en relleno se mide en valores de porcentaje, mientras que en el caso de columnas capilares se mide en espesor de la película (en general, desde 0.1 μm hasta 5 μm).

Existen numerosos trabajos sobre determinación de plaguicidas organoclorados por esta técnica. Las primeras aplicaciones de columnas capilares en cromatografía de gases, demostraron su gran poder de separación, aplicándose a isómeros de PCBs y su diferenciación de los plaguicidas del grupo de los DDTs (SISSONS, 1971; SCHULTE, 1974). En muchos casos, la aplicación de la cromatografía de gases capilar permite resolver el solapamiento de picos que se observa en CG con columnas de relleno. STAN *et al.* (1983a, 1983b) describen la utilización de la cromatografía de gases con dos columnas capilares para la determinación de 83 plaguicidas utilizando para ello dos detectores, uno de captura de electrones y otro de nitrógeno-fósforo conjuntamente. Este mismo sistema ha sido usado por HERNANDEZ *et al.* (1989, 1990a) para la determinación de residuos de plaguicidas en productos hortofrutícolas.

Detectores

El análisis de plaguicidas en suelos, tejidos animales y vegetales; el establecimiento de tolerancias de residuos en los alimentos; y los estudios medioambientales que implican la determinación de contaminantes a niveles de traza dependen, todos ellos, de métodos analíticos que utilizan CG. Los avances en esta técnica están estrechamente relacionados con el desarrollo de procedimientos cada vez más sofisticados para la detección del contaminante.

La introducción de detectores basados en técnicas de ionización a finales de los 50 permitió obtener menores límites de detección y amplió el campo de aplicación de la CG. El detector de β-ionización de argon y el detector de ionización de llama de hidrógeno (FID) (LIPSKY, 1959) fueron los primeros de este tipo, y proporcionaron una elevada sensibilidad para la mayoría de los compuestos orgánicos. En el caso del FID, la respuesta es proporcional al contenido de carbono del compuesto; sin embargo, este detector no es selectivo y, por ello, no es muy utilizado en análisis de residuos.

La aparición y posterior desarrollo del detector de captura de electrones (ECD) por LOVELOCK (1960, 1961, 1963) supuso un gran avance en el análisis de residuos de plaguicidas. Además, el ECD es extremadamente sensible para compuestos halogenados. El desarrollo de este detector coincidió con el período de máxima utilización de los compuestos organoclorados (DDTs en la agricultura y PCBs en la industria). El ECD fue entonces, y es ahora, una pieza clave en el análisis de trazas de estos compuestos.

Los problemas asociados a la elevada persistencia de los compuestos organoclorados y a su acumulación en distintos medios fueron la causa de la sustitución de estas sustancias por insecticidas organofosforados y carbámicos, mucho más degradables. Por otro lado, en los últimos años se ha incrementado de forma notable el uso de los herbicidas en la agricultura, por lo que se han tenido que desarrollar nuevos detectores sensibles a estos compuestos.

La adición de vapor de sal alcalina a la llama de hidrógeno proporciona una detección selectiva de compuestos conteniendo fósforo, nitrógeno y azufre (KARMEN, 1964). Otra posibilidad es la utilización del detector fotométrico de llama (FPD), que responde a los compuestos organofosforados y organosulforados por medida de las bandas de emisión características (BRODY, 1966). La detección selectiva de otros heteroátomos puede realizarse por oxidación o reducción (pirolítica o catalítica) de los compuestos y posterior detección conductimétrica (CCD) (COULSON, 1965).

La espectrometría de masas (EM) es una de las técnicas más versátiles para una detección selectiva, ya que no requiere la presencia de ningún heteroátomo específico en la molécula y, además, proporciona una información definitiva sobre la identidad del analito permitiendo la identificación al mismo tiempo que la cuantificación.

Detector de ionización de llama (FID).

La respuesta de este detector depende de la formación de especies iónicas cuando los compuestos carbonados se queman en una llama de hidrógeno. El mecanismo de formación de iones no se conoce exactamente, pero parece ser debido a reacciones radicalarias y de "cracking" pirolítico, así como a quimionización.

En la configuración normal del detector, el gas portador se mezcla con hidrógeno y se quema en una cámara a través de la cual fluye un exceso de aire. Un electrodo cilíndrico, montado a unos pocos milímetros, actúa como colector de iones. La respuesta se debe fundamentalmente al contenido en carbono. Es sensible a los plaguicidas, excepto para compuestos altamente halogenados, pero su falta de selectividad restringe su uso en el análisis de residuos.

Detector de captura de electrones (ECD).

Este detector ha sufrido un continuo desarrollo desde su invención por LOVELOCK (1961). Está basado en la formación de un plasma de electrones termalizados por irradiación del gas portador en el interior de una celda. Estos electrones se recogen aplicando un pequeño voltaje, produciéndose una corriente constante. Los compuestos que entran en la celda pueden capturar estos electrones produciéndose una disminución de esta corriente, medida a potencial constante o a potencial pulsante. La fuente usual de electrones son partículas β provenientes de una lámina de metal con ^{3}H o ^{63}Ni.

La relación entre la estructura del compuesto y la respuesta del ECD se ha estudiado detalladamente (Tabla 2). La temperatura del detector también puede

afectar a los límites de detección. Un valor de aproximadamente 300 ºC es un buen compromiso para detectores de ^{63}Ni.

El uso del ECD para el análisis de residuos de plaguicidas está mundialmente aceptado, especialmente para los plaguicidas organoclorados. En la Tabla 2 se puede observar que los plaguicidas organofosforados y carbámicos presentan factores de respuesta mucho menos favorables, pero, aún así, el ECD es lo suficientemente sensible como para detectar estos compuestos. Este amplio espectro de respuestas del ECD hace difícil la interpretación de los cromatogramas y, por ello, se necesita, generalmente, una confirmación adicional de los picos. Por estas razones se prefieren, en ocasiones, detectores más selectivos para el análisis de plaguicidas.

Tabla 2. Factores de respuesta relativos para la detección mediante detector de captura de electrones (ECD).

Clase de compuesto	Respuesta relativa[a]
Hidrocarburos	10^{-2}
Eteres y esteres alifáticos	10^{-1}
Aldehídos, cetonas y alcoholes alifáticos, aminas, nitritos y compuestos monocloro y monofluorados	1
Enoles, α–β–diesteres, compuestos monobromo, dicloro y hexafluorados	10
Compuestos triclorados, cloruros de acilo, anhídridos, carbamatos, triazinas y organofosforados	10^2
Compuestos monoiodo, dibromo, tricloro y mononitrados, di y trisulfuros	10^3
1,2-dicetonas, esteres conjugados, quinonas, compuestos diiodo, tribromo, policloro y dinitrados y organomercuriales	10^4

[a] Con respecto al clorobenceno.

El ECD se ha utilizado ampliamente en el análisis de residuos de plaguicidas y, en particular, en frutas y verduras, tal como se desprende de la bibliografía (DESMARCHELIER, 1980; SCOTT, 1981; ALBI, 1981; LEONE, 1981; AMBRUS, 1981; GUINIVAN, 1981, 1982; ARRECHEDERA, 1982; HOLLAND y McGHIE, 1983; GILVYDIS y WALTERS, 1984; JAMES, 1984; AGNEESSENS, 1984; TACCHEO, 1984, 1985; AOAC, 1984; ANDERSSON y OHLIN, 1986; SIIVINEN, 1989).

Detector fotométrico de llama (FPD).

La invención del FPD por BRODY y CHANEY (1966) proporcionó a la CG el detector más selectivo y útil para compuestos fosforados y sulfurados. El FPD está basado en la quimioluminiscencia específica producida cuando se quema un compuesto en una llama rica en hidrógeno. La emisión del azufre y del fósforo se produce a 394 y 526 nm, respectivamente, y depende críticamente de los flujos de gas utilizados. La respuesta del FPD al fósforo es lineal, pero la del azufre es compleja, pudiendo sufrir interferencias y procesos de *quenching*

La alta selectividad del FPD lo convierte en el detector preferido para el análisis de plaguicidas organofosforados, en particular en frutas y verduras (DESMARCHELIER, 1980; FERREIRA y FERNANDES, 1980; CARSON, 1981; AOAC, 1985; ANDERSSON y OHLIN, 1986)

Detector de ionización de llama alcalina (AFID).

Este detector ha sido muy utilizado para la detección de compuestos organofosforados y plaguicidas nitrogenados, como carbamatos y triazinas. Se han investigado muchas variantes del modelo original (KARMEN, 1964), pero la característica básica de todos los AFID es la introducción de una sal alcalina en una llama de hidrógeno, relativamente fría, o en un plasma. Esto produce un gran aumento de la sensibilidad hacia el fósforo con la supresión de la respuesta al carbono. Presenta, asimismo, una buena respuesta hacia el nitrógeno y por eso también se le conoce como detector de nitrógeno-fósforo (NPD).

En los compuestos que contienen tanto nitrógeno como fósforo la respuesta del AFID se debe principalmente al fósforo por su mayor sensibilidad. La respuesta frente a los organofosforados depende de su estructura y de los sustituyentes presentes en el compuesto.

Este detector se está utilizando, cada vez más, en el análisis de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios (ANALYTICAL METHODS COMMITTEE, 1977; AMBRUS, 1981; AOAC, 1984; SIIVINEN, 1989).

Detectores electroquímicos (CCD y HCD).

En los años 60, COULSON (1965, 1966) desarrolló detectores para el análisis de plaguicidas basados en la conductividad electrolítica (CCD). Más adelante, Hall describió un detector conductimétrico (HCD) que usaba un pequeño pirolizador y un nuevo diseño de celda (HALL, 1974). Estos detectores se basan en una pirólisis controlada de los componentes para producir compuestos específicos detectables electroquímicamente. Presentan detección selectiva hacia el nitrógeno, halógenos y azufre, pero son más propensos a contaminaciones que los sencillos detectores de llama.

Estos detectores todavía no han sido muy utilizados para el análisis de plaguicidas en frutas y verduras, pero ya existen precedentes (SCOTT, 1981; AOAC, 1985).

Espectrometría de masas (CG/EM).

El papel de la CG/EM en el análisis de residuos de plaguicidas es fundamentalmente cualitativo, en cuanto a la confirmación de la identidad de los picos y de los posibles productos de degradación. La espectrometría de masas es un poderoso instrumento, con grandes posibilidades en el campo del análisis de residuos, pues es el medio más eficaz para la identificación de los analitos. Su uso en el análisis de residuos de plaguicidas se ha incrementado en los

ltimos años (SINGH, 1986; BLOMKVIST, 1986; STAN, 1989; HERNANDEZ, 1990a).

Otros detectores.

- Espectrofotometría infrarroja.

El IR se ha usado como técnica auxiliar a la CG durante muchos años, pero los nuevos IR desarrollados como detectores para CG han acrecentado el interés de esta técnica para una detección selectiva. La aplicación de la transformada de Fourier (FTIR) supone el uso de sofisticados instrumentos capaces de adquirir espectros completos en menos de un segundo.

- Espectroscopía de absorción atómica.

Un espectrómetro de absorción atómica sencillo puede usarse como detector en CG tanto con llama como por cámara de grafito. Presenta una elevada selectividad y se ha utilizado para determinar compuestos volátiles de Pb, As, Se, Sn y quelatos volátiles de Cr, Cu y Co.

- Detector de emisión atómica.

Este detector se basa en la medida de las líneas de emisión atómica emitidas por átomos excitados. Recientemente, se ha presentado en el "Xth International Symposium on Capillary Chromatography", celebrado en Riva del Garda (Italia) en 1989, un detector de emisión atómica que utiliza un plasma de helio inducido por microondas (MIP) como método de excitación. Este detector MIP-AED permite la detección específica de numerosos elementos, entre ellos Cl, Br, F, S, P, etc., con límites de detección de entre 0.1 y 75 ng/s, con lo que se abre un campo con grandes posibilidades en la determinación de residuos de plaguicidas que contengan alguno de dichos elementos en su estructura.

Selección del detector en el análisis de residuos de plaguicidas.

Las características de los detectores ECD, FPD, AFID (NPD) y HCD se resumen en la Tabla 3. Con estos cuatro detectores se cubren prácticamente todas las necesidades en el análisis de plaguicidas mediante CG. Si bien, la espectrometría de masas supone el complemento necesario para llevar a cabo la correcta identificación de los plaguicidas. Ningún detector puede cumplir todos los requisitos y, a menudo, se eligen dos o más detectores para una aplicación determinada.

Plaguicidas organoclorados.

El ECD sigue siendo, hoy en día, el detector elegido para el análisis de estos compuestos, aunque se debe realizar un buen clean-up de la muestra o bien utilizar CG capilar para minimizar las interferencias. También se puede utilizar el HCD en modo halógeno, la CG/EM para una perfecta identificación de los compuestos polihalogenados, o realizar derivatización química como test de confirmación.

Herbicidas fenoxiacéticos.

El análisis de estos herbicidas se realiza fácilmente utilizando detección ECD de los ésteres metilados. La esterificación también se puede realizar con agentes que aumentan la respuesta ECD. Usando columnas capilares, también puede utilizarse FID como detector, así como la CG/EM.

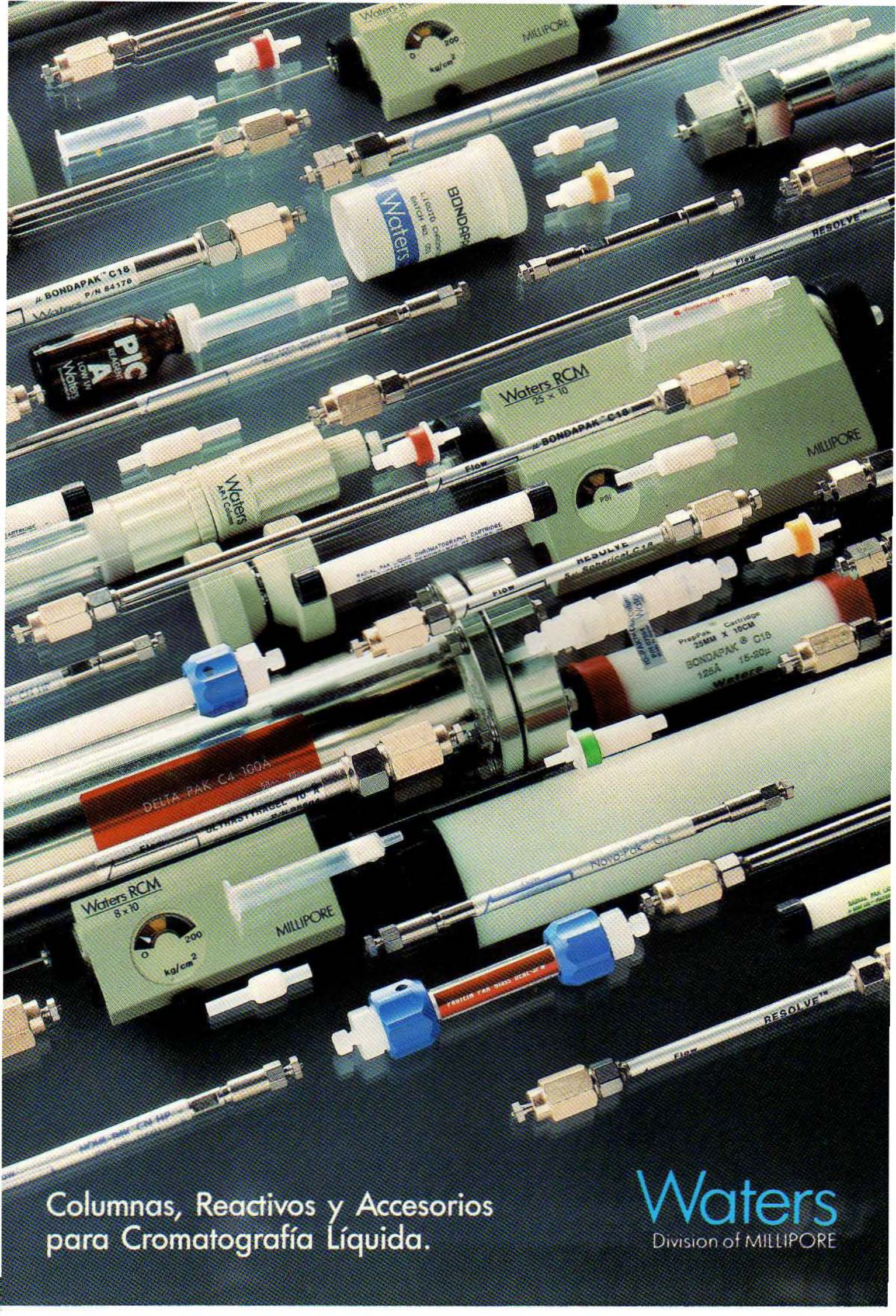
Fenoles.

Pueden analizarse mediante ECD, bien como el propio fenol o bien como ester metilado. Suele emplearse la derivatización para asegurar una res-

Tabla 3. Resumen de las características de los detectores selectivos en Cromatografía de Gases.

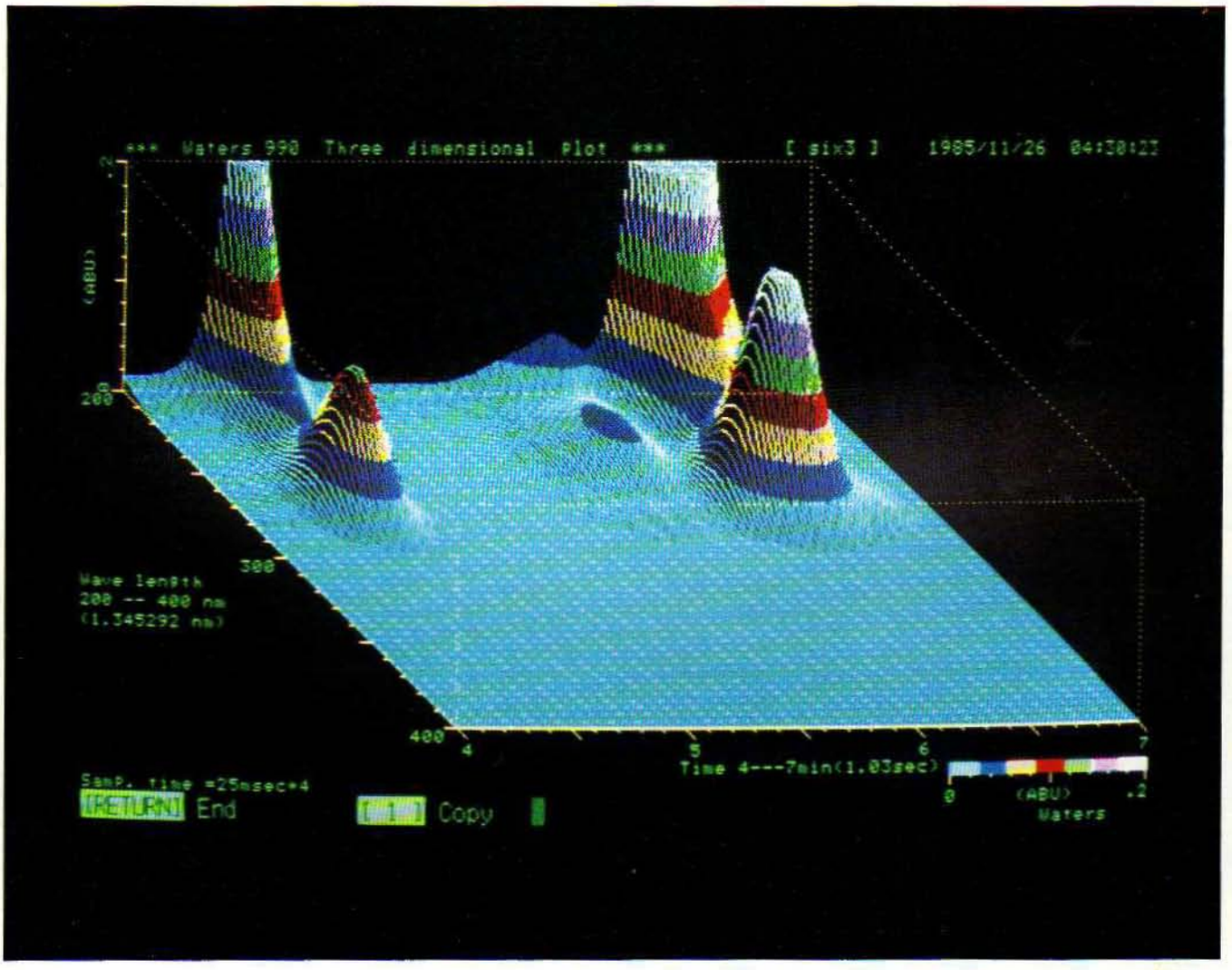
Detector	Elemento o grupo funcional	Límite de detección (pg/seg)	Selectividad[a]	Linealidad	Análisis de plaguicidas Aplicación
ECD[b]	Tricloro, nitro	0.5[d]	10^5	2×10^4	2,4-D y 2,4,5-T esteres, hidrocarburos aromáticos polinucleares, nitroherbicidas
	Polihalogenados	0.05[e]	10^6	2×10^4	Insecticidas organoclorados, PCB's y PBB's, dioxinas, pentaclorofenol
FPD	P	0.2[d]	10^6	5×10^4	Insecticidas organofosforados
	S	4	10^4	5×10^2	Carbamatos con átomos de S. etilentiourea
AFID[c]	P	0.02[d]	5×10^5	2×10^4	Insecticidas organofosforados
	N	0.02[f]	5×10^4	2×10^4	Insecticidas carbámicos, triazinas, ureas, nitroherbicidas y nitrosaminas
HECD	Cl	0.5[e]	$> 10^6$	10^5	Insecticidas organoclorados, fenoxiherbicidas
	N	1[f]	5×10^5	10^3	Insecticidas carbámicos, triazinas, ureas, nitroherbicidas y nitrosaminas

[a] Con respecto al carbono (hidrocarburo). [b] Corriente constante. [c] Perla calentada. [d] Paration. [e] Aldrin. [f] Atrazina.



Columnas, Reactivos y Accesorios para Cromatografía Líquida.

Analice sus muestras con una nueva luz.



Detector UV-Vis por fotodiodos para Cromatografía Líquida Waters 990.

Obtenga información espectral completa (190-600 nm) a lo largo de su cromatografía con el nuevo detector por fotodiodos Waters 990. El análisis y comparación de espectros le facilitarán la identificación de los picos cromatográficos, confirmándole, además, su homogeneidad y pureza. Podrá obtener gráficas tridimensionales, cromatogramas con representación topográfica, superposición de espectros, análisis de cromatogramas, e integración de hasta 6 canales simultáneos. Todo ello con facilidad, rapidez y alta resolución.

Para ampliar información, o asistir a una demostración, póngase en

contacto con la División de Cromatografía Waters de Millipore Ibérica, s.a. en:

Enteza, 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

puesta homogénea a un detector selectivo (FPD, AFID) o para mejorarla (ECD)

Plaguicidas organofosforados.

La mayoría de los plaguicidas organofosforados puede detectarse satisfactoriamente mediante ECD, especialmente los fosforotioatos con un halógeno o un grupo nitro. Sin embargo, la alta selectividad y respuesta uniforme del FPD han hecho de ellos los detectores más usados para el análisis rutinario.

Plaguicidas N-metil carbámicos.

El análisis de carbamatos no está tan bien establecido como el de los organofosforados, debido a problemas de estabilidad térmica y a la falta de un detector sensible a los compuestos nitrogenados. El AFID y HCD se han utilizado para estos fines, aunque también se han desarrollado métodos basados en la obtención de derivados y posterior detección mediante ECD

Triazinas.

Aunque las triazinas dan una respuesta moderada al ECD, generalmente prefieren usarse detectores selectivos al nitrógeno para dar una respuesta más uniforme y una mejor selectividad frente a las especies coextraídas, en particular el AFID.

Piretroides.

El uso de estos compuestos se está incrementando cada día más debido a la comercialización de formas más estables fotoquímicamente. En general, los métodos de análisis de piretroides están limitados por la falta de heteroátomos adecuados para una detección selectiva. Los nuevos piretroides con halógenos y grupos ciano son adecuados para una detección ECD.

El hecho de que existan tantos detectores aplicables al análisis de plaguicidas por cromatografía de gases hace que esta técnica tenga tanta importancia a la hora de proponer métodos fiables para la determinación de residuos de plaguicidas. Además, el uso de columnas capilares mejora en gran medida la resolución de los componentes de mezclas complejas, así como la sensibilidad al producir picos más estrechos.

La única limitación de la cromatografía de gases en el análisis de plaguicidas estriba en la baja estabilidad térmica de algunos de estos compuestos, que se descomponen a las temperaturas normales de trabajo en CG, como es el caso del Butocarboxim, Carbaril, etc., estables sólo por debajo de los 100 ºC.

Estos compuestos se pueden determinar más adecuadamente por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC), que, al trabajar en general a temperatura ambiente, no presenta los inconvenientes de degradación de los plaguicidas por la elevada temperatura de trabajo.

A continuación, se resumen algunos trabajos seleccionados sobre aplicación de la cromatografía de gases al análisis de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios:

FERREIRA y FERNANDES (1980) realizan la determinación de residuos de plaguicidas organofosforados en frutas y verduras mediante una extracción inicial con acetona, posterio partición con hexano y Na_2SO_4 2%, y clean-up adicional sobre columna de Florisil eluyendo con acetona/hexano (4:96). El extracto así obtenido se analiza por CG/FPD. La fase acuosa obtenida tras la partición con hexano, se extrae con acetato de etilo y finalmente se analiza por CG/FPD

AMBRUS *et al.* (1981) desarrollan un método general para la determinación de residuos de plaguicidas en muestras de origen vegetal, suelos y aguas. En el caso de frutas y verduras aconsejan usar acetona como extractante y realizar una partición con diclorometano. Opcionalmente, se puede realizar un clean-up adicional sobre columna de alúmina, sílica gel... Posteriormente, los extractos se analizan mediante CCF, CG/NPD o CG/ECD. Para este último caso, es necesario el clean-up adicional.

GUINIVAN *et al.* (1981, 1982) determinan residuos de clorpirifos y su más importante metabolito (3,5,6-tricloro-2-piridinol) en guisantes, extrayendo inicialmente con acetato de etilo, y realizando el clean-up mediante GPC. Finalmente, se analiza directamente el clorpirifos e indirectamente el metabolito obteniendo un derivado silanizado mediante CG/ECD.

ARRECHEDERA *et al.* (1982) determinan residuos de plaguicidas en frutos cítricos realizando una extracción con éter de petróleo/éter etílico (1:1), posterior partición con acetonitrilo/éter de petróleo y clean-up en columna de Florisil. El extracto final se analiza por CG con detección ECD o FID.

HOLLAND y MCGHIE (1983) desarrollan un método multi-residuo para la determinación de residuos de plaguicidas en frutas basado en la extracción con metanol y posterior partición con tolueno. Ocasionalmente, se puede realizar un clean-up sobre columna de Florisil/carbón activo, previa a la determinación mediante CG/ECD.

JAMES *et. al.* (1984) describen un método para determinar residuos de clorpirifos en verduras de invernadero realizando una extracción inicial con acetona y eliminando las especies coextraídas mediante una partición con una mezcla de hexano y Na_2SO_4 y posterior "clean-up" sobre cartucho de Sílica. Si el extracto presenta una coloración muy oscura, se realiza un clean-up sobre carbón activo y posteriormente sobre una columna de sílica gel. El clorpirifos se analiza por CG/ECD.

AGNEESSENS *et al.* (1984) realizan la determinación de residuos de plaguicidas (insecticidas y fungicidas) en diferentes frutos mediante una extracción con acetona/éter de petróleo (1:1) seguida de un lavado con una disolución de NaCl. La fase acuosa obtenida se limpia con éter de petróleo y la fase orgánica se analiza mediante CG capilar con detección ECD.

TACCHEO *et al.* (1984, 1985) describen un método multi-residuo para la determinación de cinco fungicidas en frutas. Extraen inicialmente con acetonitrilo y celite y, posteriormente, pasan el extracto a través de un cartucho Sep-Pak C_{18}. A continuación, realizan una partición con hexano/éter dietílico (1:1) y lavado posterior con disolución acuosa de Na_2SO_4 sat. La fase orgánica se analiza mediante CG capilar con detección ECD, realizando una silanización previa a la inyección.

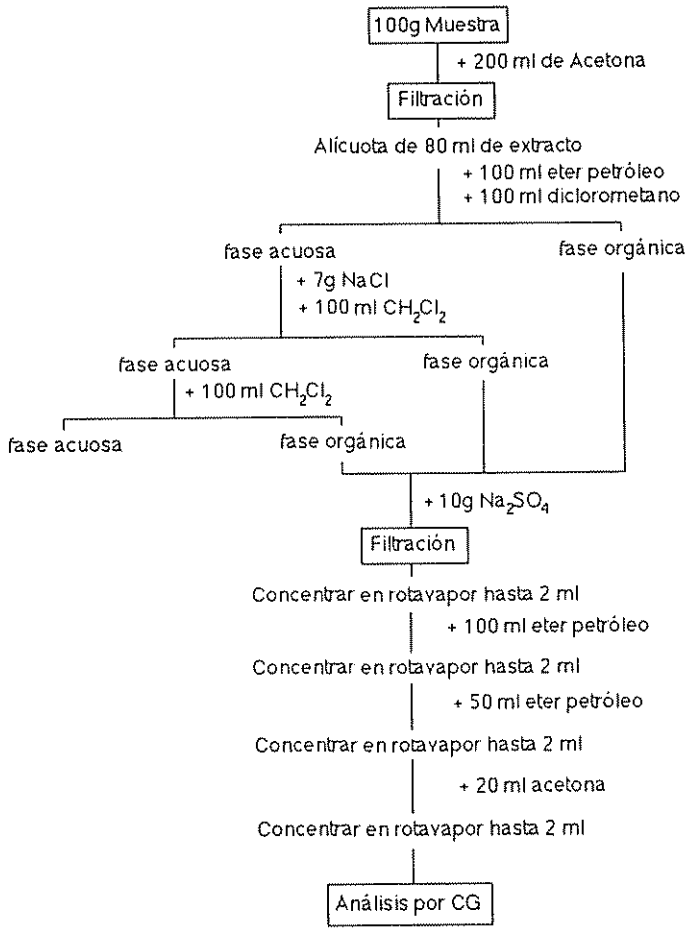


Figura 1. Esquema del procedimiento utilizado por AOAC (1985) para la determinación de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios no grasos por cromatografía de gases.

El método propuesto por la AOAC para la determinación de residuos de plaguicidas organoclorados y organofosforados en alimentos no grasos fue modificado en 1985 (AOAC, 1985), ya que anteriormente recomendaba el acetonitrilo o acetonitrilo-agua para la extracción de las muestras, pasando a recomendar finalmente la acetona. Posteriormente el extracto orgánico se particiona con diclorometano/éter de petróleo (1:1). No se realiza un clean-up adicional para permitir el examen de un mayor número de residuos. La determinación se realiza mediante CG con detector HECD-modo halógeno para los organoclorados y con detector FPD-modo P para los organofosforados. En la figura 1 se muestra el esquema del procedimiento recomendado.

ANDERSSON y OHLIN (1986) del National Food Administration de Suecia, presentan un método multirresidual para la determinación de residuos de plaguicidas en frutas y verduras por medio de cromatografía de gases capilar.

El procedimiento se basa en una extracción inicial con acetona, seguida por la partición del extracto con una mezcla n-hexano/diclorometano. La fase orgánica obtenida se somete a un procedimiento de clean-up por cromatografía de permeación en gel en una columna SX-3. Para algunas muestras es necesario efectuar un clean-up adicional con alúmina o bien con un cartucho Sep Pak de sílica. Finalmente, los plaguicidas se determinan por cromatografía de gases capilar utilizando diferentes sistemas de detección (ECD, TSD, FPD y FID).

Este procedimiento se ha aplicado a 134 plaguicidas, con resultados satisfactorios (recuperación >80%) para unos 126 compuestos, y se está usando en Suecia desde 1981.

El esquema seguido por estos autores aparece representado en la figura 2.

El método de análisis de residuos de plaguicidas en frutas y verduras utilizado en el Laboratorio de Aduanas de Finlandia (SIIVINEN, 1989), se basa en la extracción siguiendo el método de Luke. La muestra homogeneizada se extrae con acetona; el extracto se reparte con una mezcla de éter de petróleo/diclorometano. La fase acuosa restante se satura con NaCl y se extrae dos veces con diclorometano. Se combinan los extractos orgánicos y se concentran en rotavapor hasta un pequeño volumen. Se añade una gota de disolución conservante y se eliminan totalmente los disolventes residuales en corriente de nitrógeno. El residuo obtenido se disuelve en acetona y se analiza por cromatografía de gases tanto en columnas de relleno como capilares.

En algunas muestras (cebollas, limones, uvas, zanahorias) es necesario realizar un clean-up antes de inyectar por CG debido a que presentan un gran número de picos de fondo. Este clean-up se realiza por medio de cartuchos tipo Sep Pak C_{18}.

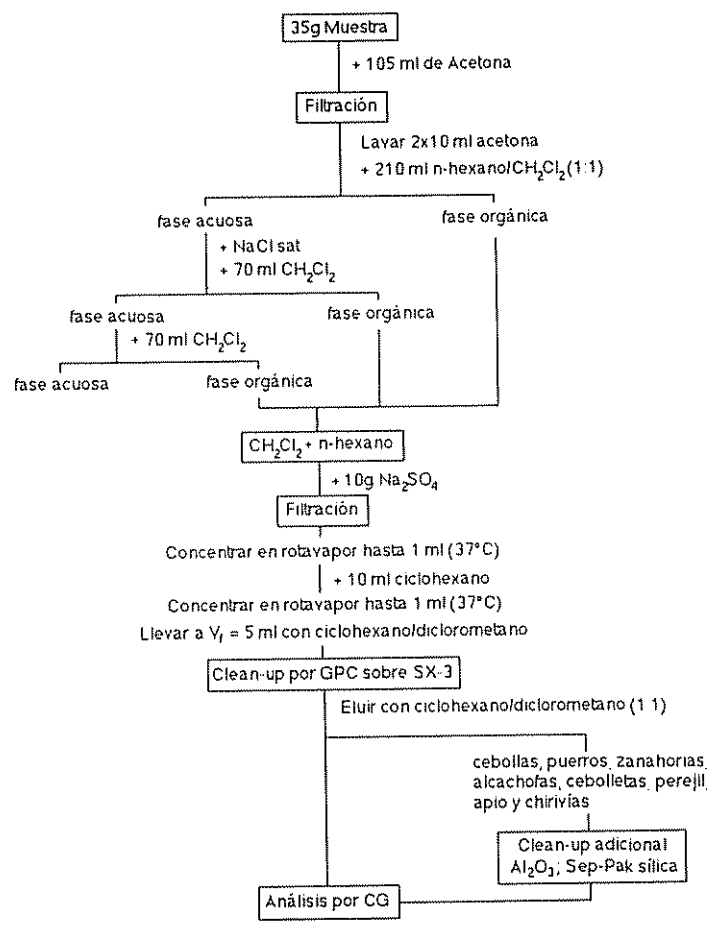


Figura 2. Esquema del procedimiento utilizado por el National Food Administration de Suecia (ANDERSON, 1986) para la determinación de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios por cromatografía de gases.

ANALISIS DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS POR CROMATOGRAFIA LIQUIDA DE ALTA RESOLUCION

El análisis de residuos de plaguicidas en muestras biológicas y medioambientales se ha realizado fundamentalmente por CG hasta hace pocos años, aunque también se han aplicado otras técnicas, como la cromatografía en capa fina. Sin embargo, con la aparición y desarrollo de la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) se han abierto nuevas posibilidades en este campo analítico.

El primer informe sobre la utilización de HPLC para el análisis de residuos de plaguicidas aparece en 1971 y corresponde a la determinación de Abate *(thenefos)* en muestras de agua (HENRY, 1971) Desde entonces, se ha incrementado en gran medida la aplicación de esta técnica en este campo analítico.

El HPLC presenta ventajas reales sobre otras técnicas, tales como la CG. Así, permite la separación y directa cuantificación de compuestos no volátiles y termolábiles sin necesidad de derivatización; es altamente flexible y de aplicación general; puede adaptarse para un amplio campo de compuestos, a causa del papel activo de la fase móvil en la separación y de la gran variedad de columnas disponibles; el análisis es no destructivo; no requiere un clean-up extensivo; se puede conseguir una elevada rapidez en los análisis.

Por otro lado, desde la mitad de los 70 se ha tendido cada vez más al uso de plaguicidas fácilmente degradables, con el fin de evitar la acumulación de estos compuestos tóxicos en el medio ambiente. Muchos de estos plaguicidas, como los carbamatos, organofosforados, ureas, fenoles, fenoxiácidos y piretroides sintéticos, son polares y/o termolábiles, y por tanto no son apropiados para una determinación directa por CG (MUSZKAT y AHARONSON, 1986). Sin embargo, la HPLC es una excelente técnica para el análisis de estos plaguicidas; además, permite un análisis semipreparativo, así, como una preconcentración, lo cual es muy útil en la determinación de residuos.

El uso combinado de la CG y HPLC, junto con el espectacular avance experimentado por los sistemas de detección, permite abordar, con las suficientes garantías de exactitud y sensibilidad, el análisis de la gran mayoría de plaguicidas aplicados en la actualidad. Se trata, por tanto, de técnicas complementarias y resultan, hoy en día, imprescindibles en el análisis de residuos de plaguicidas.

Columnas

Las columnas utilizadas en HPLC han experimentado un rápido desarrollo desde mediados de los 70. Así, la introducción de rellenos de micropartículas, junto con las nuevas técnicas de relleno, han aumentado la velocidad y eficacia de las separaciones. Esto se debe a la reducción en el tamaño de partícula, desde 35 µm hasta aproximadamente 5 µm, lo cual produce una mayor presión en la columna pero también una mayor eficacia.

Hoy en día, se tiende a la utilización de columnas cortas (3-10 cm). Sus principales ventajas sobre las convencionales (25-30 cm) son la mayor velocidad de análisis, eficacia más elevada, aumento de la sensibilidad, junto con ahorro de disolvente y tiempo, necesitándose tan sólo unas ligeras modificaciones sobre el equipo convencional

En los últimos años, los avances en HPLC se orientan hacia el uso de columnas *capilares* (o microcolumnas), que poseen diámetros internos de varios µm, y se encuentran revestidas sólo por la pared interna (columnas abiertas)

La técnica más popular durante los últimos años ha sido, indudablemente, la cromatografía en fase reversa (RPC) que utiliza columnas rellenas de micropartículas de sílica, con grupos enlazados químicamente que, en general, son cadenas C_{18} o C_8. Otros rellenos de fase reversa enlazada llevan un grupo fenilo o ciclohexilo. Varias ventajas justifican la popularidad de la cromatografía en fase reversa en el análisis de plaguicidas: es adecuada para la separación de compuestos, tanto iónicos como no iónicos, usando una misma columna; las columnas de fase enlazada son estables (en contraste con las columnas de fase estacionaria retenida mecánicamente) y proporcionan separaciones reproducibles; se puede usar una fase móvil relativamente económica. Por ello, casi la totalidad de las referencias sobre análisis de plaguicidas por HPLC se basan en el uso de dichas columnas con fases móviles de aceto-nitrilo/agua.

Detectores

Los detectores más utilizados en HPLC son, sin duda, los basados en la absorción ultravioleta (UV) y visible (VIS).

En la actualidad, existen en el mercado fotómetros de UV de longitud de onda fija. Entre ellos, cabe destacar el fotómetro a 254 nm, que es satisfactorio para muchas aplicaciones ya que muchos compuestos absorben a dicha longitud de onda. Además de este modelo, tan ampliamente usado, también se dispone de fotómetros operando a otras longitudinales de onda.

Un detector más útil y versátil es el espectrofotómetro UV-VIS, que ofrece una amplia selección de longitudes de onda en esta zona del espectro electromagnético. Estos instrumentos presentan la posibilidad de operar a la absorción máxima del soluto, o a otra longitud de onda que proporcione máxima selectividad.

La detección UV-VIS es aplicable a una gran variedad de analitos, ya que la única condición requerida es que éstos presenten absorción en dicha zona, lo cual es frecuente para la mayoría de los compuestos orgánicos. La amplia gama de plaguicidas detectados y determinados mediante este sistema por HPLC abarca insecticidas carbámicos (FOGY y SCHIMD, 1980; BLAICHER *et al.*, 1982), ditiocarbamatos (BRANDSTETEROVA *et al.*, 1986), dimetoato (CABRAS *et al.*, 1982), metil azinfos y metil oxon azinfos y metil oxon azinfos (WILSON y BUSHWAY, 1981), fungicidas (STRINGARI, 1985), etc. Existen, asimismo, métodos multirresiduales usando deteción UV-VIS, como el aplicado por el *National Food Administration* de Suecia (OHLIN y FLYGH, 1986a; OHLIN, 1986b) para la determinación de hasta 20 plaguicidas en frutas y verduras midiendo a 240 y 280 nm.

En la actualidad, se está utilizando un detector UV-Visible capaz de proporcionar una información tridimensional, es decir valores de absorbancia, longitud de onda y tiempo. Se trata del detector de barrido de diodos (PDA), que se incluye entre los denominados detectores de imagen. Su principal ventaja es que permiten la medida simultánea a todas las longitudes de onda, lo que hace posible la obtención de un espectro completo cada 0.01 segundos. Se puede, por ello, realizar la determinación de cada compuesto a la longitud de onda óptima, pudiendo seleccionar, en cada caso, las condiciones más adecuadas para la detección. La posibilidad de obtener el espectro completo de los eluatos abre un nuevo camino en cuanto a identificación y selectividad del procedimiento. Así, se puede determinar la pureza de un pico obteniendo los espectros al principio, al final y en el máximo del mismo: si estos coinciden, el pico corresponde a una sustancia pura. Además, es fácil evitar interferencias ya que se puede obtener cada pico a la longitud de onda para la cual los efectos interferencias sean menores. También permite la posibilidad de detectar compuestos no resueltos cromatográficamente (FELL, 1983a; 1983b). Este detector aún no ha sido muy utilizado en la investigación sobre plaguicidas, pero ya aparecen varios trabajos que lo citan. MATTISEK *et al.* (1985) determinan isotiazolonas en formulados mediante este sistema de detección, escogiendo la λ óptima en cada caso y confirmando mediante el estudio de los espectros correspondientes. OSSELTON y SNELLING (1986) realizan la identificación de plaguicidas utilizando el detector de diodos y la longitud de onda apropiada para cada medida, y comprueban la pureza de los picos correspondientes. HERNANDEZ *et al.* (1990b) han utilizado este mismo sistema para la detección y cuantificación de plaguicidas utilizados en la práctica agrícola de la Plana de Castellón.

El fluorímetro es un detector selectivo y muy sensible a compuestos fluorescentes, aunque también se puede aplicar a sustancias que no exhiban fluorescencia previa preparación de derivados adecuados.

Este detector es del orden de cien veces más sensible que el UV; por ello, se trata de uno de los detectores de HPLC más sensibles, lo que lo hace muy adecuado para el análisis de trazas aunque su rango de linealidad sea inferior al de un UV.

El detector de fluorescencia no es de uso general, pero es una poderosa herramienta para aplicaciones específicas en las cuales se precise de una detección selectiva de componentes traza. ARGAUER (1980) determina varios plaguicidas en muestras agrícolas (granos, verduras, frutas, miel...) mediante este tipo de detección. La determinación de residuos de *tiabendazol* y *o-fenilfenol* en cítricos se ha realizado gracias a sus características fluorogénicas (KITADA *et al.*, 1982). KRAUSE (1983) ha utilizado la detección fluorescente para el análisis por HPLC de 35 plaguicidas y sus metabolitos. Por otro lado, SPITTLER *et al.* (1986) recomiendan el detector fluorimétrico frente al UV para el análisis de residuos de *carbaril* en abejas, ya que presenta una mayor selectividad y sensibilidad.

Los detectores electroquímicos encuentran su mayor aplicación en la determinación de compuestos con marcadas propiedades redox, y son muy sensibles a una amplia variedad de compuestos. La gran sensibilidad y selectividad de estos detectores favorece su aplicación al análisis de trazas de compuestos en matrices complejas.

Para la detección electroquímica se han usado diferentes electrodos, siendo los más utilizados el electrodo de carbono (económico y con baja corriente residual) y el electrodo de gotas de mercurio (con un amplio espectro de respuesta).

El detector electroquímico se ha usado para el análisis de plaguicidas fenólicos, aminas y nitroaromáticos (LORES, 1978; COCHRANE, 1983), así como para herbicidas, e insecticidas del grupo del nitrofenil y dinitrofenol. Por otro lado, cuando el metabolismo o la descomposición de los plaguicidas (tales como carbamatos, ureas, etc.) da lugar a la formación de una especie electroactiva (ej. fenoles, aminas aromáticas o nitrocompuestos), el uso del detector electroquímico se convierte en una buena alternativa. MAYER y GREENBERG (1981) han utilizado un detector amperométrico combinado con un detector UV para determinar plaguicidas carbámicos; en este caso el detector amperométrico permite caracterizar un pico no resuelto en UV aplicando diferentes tensiones al electrodo. ALAWI y RUESSEL (1981) también utilizan conjuntamente el detector UV y el electroquímico, sirviendo este último como apoyo del primero, para determinar residuos de *metomil* en frutas. THOMAS y STURROCK (1986) aplican un nuevo detector electroquímico y celda de flujo para la detección de carbamatos a niveles de pg.

La espectrometría de masas (EM) es un poderoso método para la identificación de compuestos orgánicos y existe un gran interés por combinarlo con la cromatografía líquida (CL), ya que es uno de los mejores sistemas para la detección e identificación de sustancias separadas cromatográficamente. La combinación de la EM y HPLC puede realizarse tanto "on-line", como "off-line".

El principal problema de este acoplamiento es la introducción de los eluatos de la columna en la fuente de ionización. Por ello, la mayoría de las investigaciones se dirigen en este sentido, habiendo aparecido recientemente diferentes métodos de introducción de la muestra en el espectrómetro (las llamadas interfaces de acoplamiento).

Existen varias referencias sobre el uso de la técnica HPLC-EM para el análisis de residuos de plaguicidas. Entre ellas, cabe citar la determinación de herbicidas en aguas (FOSTER *et al.*, 1983); el análisis de verduras fortificadas con seis ureas y carbamatos termolábiles (CAIRNS *et al.*, 1983); el trabajo de PARKER *et al.* (1982) que utilizan la EM para la detección de 18 plaguicidas organofosforados, así como para el análisis de un amplio grupo de triazinas; WRIGHT (1982) desarrolla un método para la determinación de 19 carbamatos por HPLC y compara esta detección con la UV. VOYKSNER *et al.* (1984) ponen a punto una técnica de acoplamiento entre el HPLC y EM, mediante una interface DLI *(Direct Liquid Injection)*, que permite el análisis de distintos tipos de plaguicidas. BARCELO y ALBAIGES (1987), asimismo, utilizan la DLI-HPLC-EM, con diversos sistemas de preconcentración en continuo y extracción post-columna, para la determinación de una gran variedad de plaguicidas.

En resumen, ésta es una de las técnicas más poderosas en el análisis de compuestos orgánicos ya que a una buena sensibilidad une la gran cantidad de información estructural que se obtiene, con lo cual la identificación de los analitos es concluyente.

Todos los detectores mencionados hasta ahora operan directamente sobre el eluyente líquido. Ocasionalmente, también se han utilizado en HPLC los denominados "detectores de cromatografía gaseosa" (WHITE, 1984) que operan en la fase gaseosa y requieren por tanto la vaporización previa del eluyente y de la muestra, lo cual supone una complicación técnica en los equipos utilizados. Entre éstos, cabe destacar el Detector Fotométrico de Llama y el Detector de Captura Electrónica. Este último ha sido aplicado por BRINKMAN *et al.* (1984) para el análisis de cinco plaguicidas y seis PCBs utilizando una microcolumna en fase reversa. Los autores demuestran la posibilidad de combinar la cromatografía líquida en fase reversa con la detección ECD y la relativa simplicidad de esta combinación cuando se usan microcolumnas.

Otros detectores usados con menos frecuencia para el análisis de plaguicidas mediante HPLC son el detector de índice de refracción, el de Fotoconductividad y el de Infrarrojos, sobre los que existen escasas referencias en la bibliografía.

A continuación, se citan algunos ejemplos seleccionados sobre aplicaciones recientes de la técnica HPLC al análisis de residuos de plaguicidas en frutas y verduras:

BUETTLER y HOERMANN (1981) describen un método específico para la determinación de residuos de *Captan, Captafol* y *Folpet* en frutas y verduras. Realizan la extracción con acetona y posteriormente una partición con *n*-hexano. A continuación, aplican procedimientos individuales de "clean-p" sobre sílica para cada fungicida, o bien un "clean-up" conjunto mediante GPC. Los fungicidas se separan por HPLC con columna de fase ciano enlazada.

WILSON y BUSHWAY (1981) proponen un método para el análisis de residuos de *Metil azinfos* y sus derivados oxigenados en frutas y verduras por HPLC. Realizan una primera extracción con metanol y una posterior partición con diclorometano; por último, se lleva a cabo un "clean-up" con cartucho de Sep-Pak C_{18}. La muestra se inyecta en una columna μBondapak C_{18} y se eluye con acetonitrilo/agua (50:50), detectándose por UV a 224 nm.

BLAICHER *et al.* (1982) describen la determinación de carbamatos y ditiocarbamatos en frutas y verduras, mediante una extracción inicial con acetato de etilo, seguida de una partición con *n*-pentano y posteriormente con diclorometano. A continuación, realizan un "clean-up" sobre columna de Florisil. La separación se lleva a cabo mediante HPLC en fase normal, sobre LiChrosorb Si 60, usando como fase móvil isooctano/dioxano y detección UV a 254 nm.

CABRAS *et. al.* (1982) analizan residuos de diferentes fungicidas e insecticidas en uvas mediante HPLC en fase reversa (RP-18) con una fase móvil formada por acetonitrilo/agua y detección UV a 221 nm. La extracción de los plaguicidas presentes en la muestra se realiza con benceno o con éter de petróleo, no siendo necesario el "clean-up" posterior del extracto orgánico.

El *National Food Administration* de Suecia (OHLIN y FLYGH, 1986a; OHLIN, 1986b) utiliza un método multi-residuo HPLC para la determinación de residuos de plaguicidas en frutas y verduras. El procedimiento se aplica a 20 plaguicidas de diferentes tipos (fungicidas, insecticidas carbámicos, herbicidas) que no pueden analizarse mediante cromatografía de gases. Se realiza una extracción inicial de la muestra con diclorometano al 10% en metanol y el extracto acuoso se pasa a través de una columna de Extrelut para eliminar el agua. El "clean-up" posterior se lleva a cabo mediante cartucho Sep-Pak de Florisil y el análisis se efectúa en una columna Nucleosil μC_{18}, con fase móvil metanol/agua (50:50) y detección UV a 240 y 280 nm. En la figura 3 se muestra un esquema de este procedimiento multirresidual por HPLC.

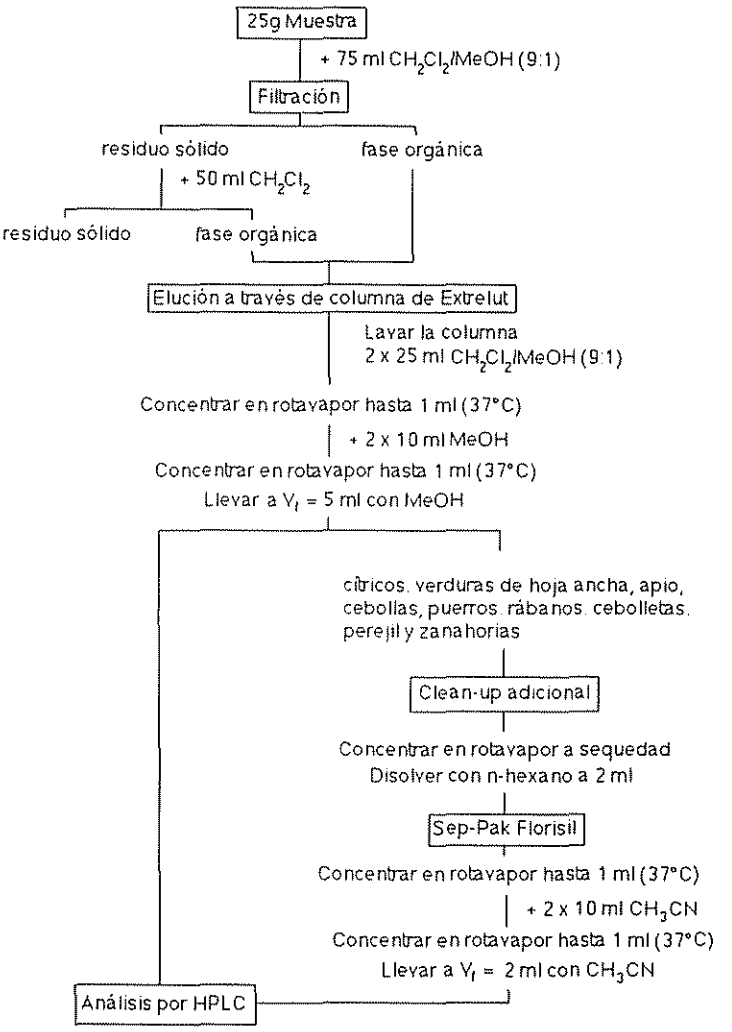


Figura 3. Esquema del procedimiento utilizado por el National Food Administration de Suecia (OHLIN, 1986) para la determinación de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios por cromatografía líquida de alta resolución

CANO *et al.* (1987) comprueban la persistencia de varios fungicidas, como *Tiabendazol, Benomil, Carbendazim* y *Metiltiofanato,* en manzanas tras su recolección y almacenamiento. Realizan la determinación en diferentes zonas del fruto y la extracción depende del fungicida a analizar: *Carbendazim* y *Tiabendazol* con acetato de etilo; *Benomil* con HCl

2M a reflujo, hidrolizándolo a *Carbendazim; Metiltiofanato* con benceno. A continuación, efectúan una partición con cloroformo, ajustando el pH de la fase acuosa a 8.5-9.0, y una segunda partición con diclorometano. El extracto se inyecta en una columna de µBondapak C_{18} con detección UV a 280 nm. La fase móvil usada es $MeOH/H_2O/NH_4OH$ (60:40:0 6) para *Benomil, Carbendazim* y *Tiabendazol*, y $MeCN/H_2O$ (50:50) para *Metiltiofanato*. Se demuestra que la mayoría de los residuos se encuentran en la piel, y que la cantidad detectada en la pulpa disminuye hacia el interior.

La técnica HPLC es también muy apropiada para el análisis de formulaciones de plaguicidas o de producto técnico. Ejemplos de estas aplicaciones son los trabajos de SKELLY *et al.* (1981), PEREZ (1982) y NEHMER y DIMOV (1984) sobre la determinación de diversos plaguicidas en aerosoles y formulados.

ANALISIS DE PLAGUICIDAS POR CROMATOGRAFIA DE CAPA FINA

La cromatografía en capa fina es un buen método para confirmar la identidad de plaguicidas, pero es difícil utilizarla con fines cuantitativos. Por ello, se emplea principalmente en la identificación de los constituyentes de una mezcla de plaguicidas o en una formulación comercial. Asimismo, sirve para determinar la pureza en la preparación de formulaciones.

Los adsorbentes más empleados en este tipo de cromatografía son, en general, sílica gel (HORLEY y CHIVA, 1961; YAMAMURA, 1962) y alúmina (BAUMLER y RIPPSTEIN, 1961; KOVACS, 1963; ABBOT, 1964), estudiándose su poder separador en función de los diferentes grados de activación de cada uno de ellos. ABBOT *et al.* (1964) han estudiado la utilización de una mezcla de alúmina-sílica gel, así como alúmina-óxido de magnesio como adsorbentes, y diferentes mezclas de hexano/acetona como eluyentes.

En la actualidad, se pueden encontrar algunas referencias del uso de esta técnica para la determinación cualitativa y semicuantitativa de plaguicidas. Así, PATIL *et al.* (1987) determinan endosulfan en tejidos biológicos, desarrollando un revelador específico para el mismo. La separación se lleva a cabo sobre una capa fina de sílica gel, eluyendo posteriormente con una mezcla hexano/acetona.

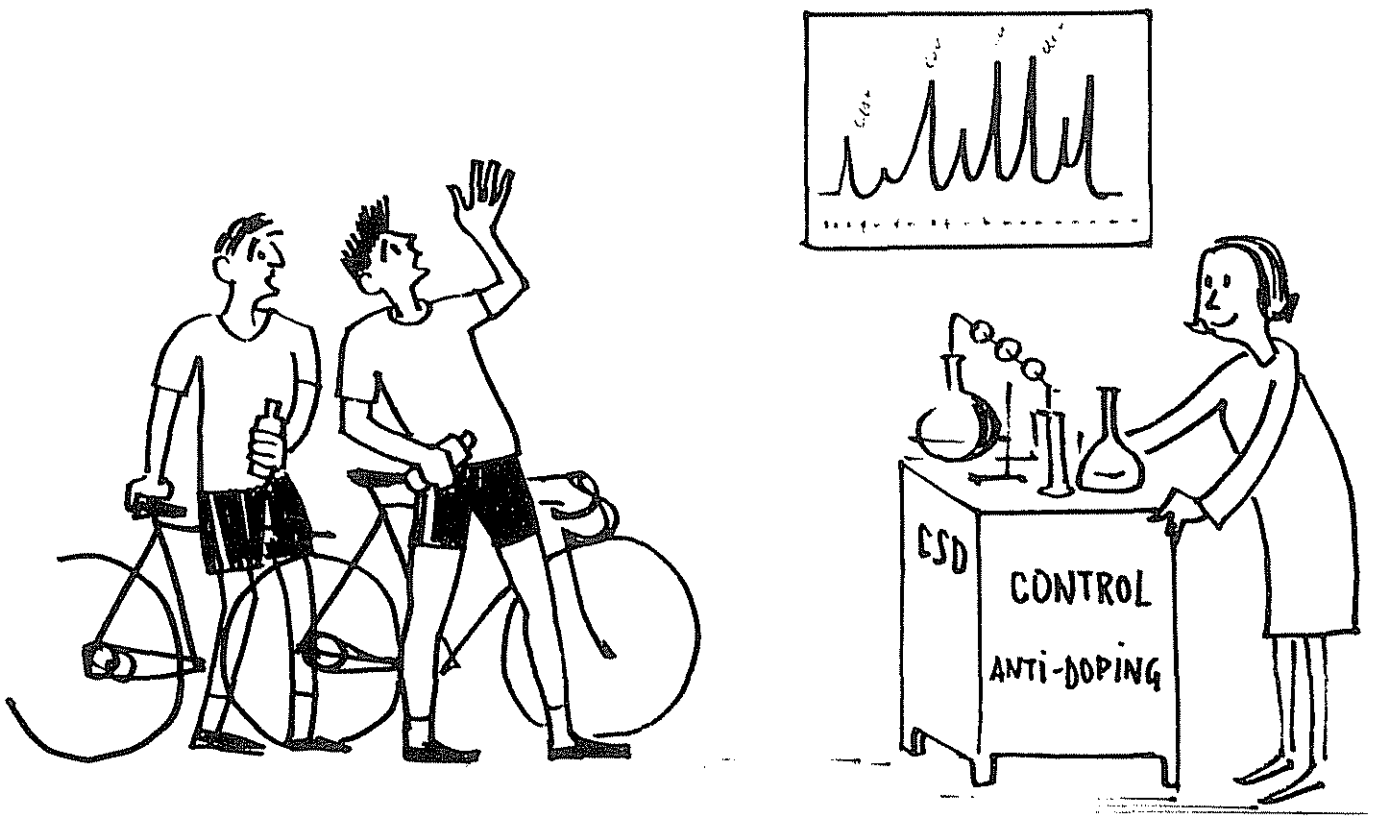
WAN (1989) realiza una determinación semicuantitativa de plaguicidas organoclorados en hojas de te, utilizando como fase estacionaria alúmina y hexano como eluyente.

BIBLIOGRAFIA

ABBOT, D.C.; EGAN, H.; THOMSON, J., 1964, *Analyst*, **89**, 813.
AGNEESSENS, R.; ZENON-ROLAND, L.; NANGNIOT, P., 1984, *HRC CC J High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun.*, **7**, 533
ALAWI, M.A.; RUESSEL, H.A., 1981, *Fresenius Z. Anal. Chem.*, **309**, 8.
ALBI, T., 1981, *Grasas y Aceites*, **32**, 381.
AMBRUS, A.; LANTOS, J.; VISI, E.; CSATLOS, I.; SARVARI, L., 1981, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **64**, 733.
ANALYTICAL METHODS COMMITTEE, 1977, *Analyst*, **102**, 858
ANDERSON, A.; OHLIN, B., 1986, *Vaar Föda*, **38**, Suppl. 2, 79.
AOAC. Arlington VA, 1984, Sec. 29, "Pesticide and Industrial Chemical Residues".
AOAC, 1985, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **68**, 385.
ARGAUER, R.J., 1980. En *"Pesticide Analytical Methodology"* (J. Harvey & G. Zweig, eds. ACS 136, pp. 103-126. American Chemical Society, Washington, D.C.
ARRECHEDERA, J.; ALBEROLA, J.; CAMPS, A.; CUÑAT, P., 1982, *Rev. Agroquim. Tecnol. Aliment*, **22**, 426
BARCELO, D.; ALBAIGES, J., 1987, *Rev. Agroquim. Tecnol. Aliment.*, **27**, 471.
BAUMLER, J.; RIPPSTEIN, S., 1961, *Helv. Chim. Acta*, **44**, 1162.
BLAICHER, G.; PFANNHAUSER, W.; WOIDICH, H., 1982, *Recent Dev. Food Anal., Proc. Eur. Conf. Food Chem., 1st 1981*, 437
BLOMKVIST, G., 1986, *Vaar Föda*, **38** Suppl. 2, 125.
BRANDSTETEROVA, E.; LEHOTAY, J.; LISKA, O.; GARAJ, J., 1986, *J. Chromatogr.*, **354**, 375
BRINKMAN, U.A.T.; GEERDINK, R.B.; DEKOTE, A., 1984, *J. Chromatogr.*, **291**, 195.
BRODY, S.S.; CHANEY, J.E., 1966, *J. Gas Chromatogr.*, **4**, 42.
BUETTLER, B.; HOERMANN, W.D., 1981, *J. Agric. Food Chem.*, **29**, 257.
CABRAS, P.; DIANA, P.; MELONI, M.; PIRISI, F.M., 1982, *J. Agric. Food Chem.*, **30**, 569.
CAIRNS, T.; SIEGMUND, E.G.; DOOSE, G.M., 1983, *Biomed. Mass Spectrom.*, **10**, 24
CANO, P.; DE LA PLAZA, J.L.; MUÑOZ-DELGADO, L., 1987, *J. Agric. Food Chem.*, **35**, 144.
CARSON, L.J., 1981, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **64**, 714
COCHRANE, W.P.; LANOUETTE, M.; SINGH, J., 1983, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **66**, 804
COULSON, D.M., 1965, *J. Gas Chromatogr.*, 3, 134
COULSON, D.M., 1966, *J. Gas Chromatogr.*, **4**, 285
DESMARCHELIER, J.M., 1980, *J. Pestic. Sci.*, **5**, 521
FELL, A.F.; SCOTT, H.P.; GILL, R.; MOFFATT, A.C., 1983a, *J. Chromatogr.*, **273**, 3
FELL, A.F.; SCOTT, H.P.; GILL, R.; MOFFATT, A.C., 1983b, *J. Chromatogr.*, **282**, 123
FERREIRA, J.R.; FERNANDES, A.M.S.S., 1980, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **63**, 517
FOGY, I.; SCHMID, E.R., 1980, *Ernaehrung*, **4**, 4.
FOSTER, M.G.; MERESZ, O.; GAMES, D.E.; LANT, M.S.; WESTWOOD, S.A., 1983, *Biomed. Mass Spectrom.*, **10**, 338.
GILVYDIS, D.M.; WALTERS, S.M., 1983, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **66**, 1365.
GUINIVAN, R.A.; THOMPSON, N.P.; BARDALAYE, P.C., 1981, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **64**, 1201
GUINIVAN, R.A.; THOMPSON, N.P.; BARDALAYE, P.C., 1982, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **65**, 210.
HALL, R.C., 1974, *J. Chromatogr. Sci.*, **12**, 152
HENRY, R.A.; SCHMIT, J.A.; DIECKMAN, J.F., 1971, *Anal. Chem.*, **43**, 1053.
HERNANDEZ, F.; GRASES, J.M., 1989, *Tenth International Symposium on Capillary Chromatography*. Riva de Garda, Italia, 837
HERNANDEZ, F.; BELTRAN, J.; SANCHO, J.V., 1990a, *Chromatographia*. (En prensa)
HERNANDEZ, F.; SANCHO, J.V.; BELTRAN, J.; MEDINA, J., 1990b, Enviado a *J. Chromatogr.*
HOLLAND, P.T.; McGHIE, T.K., 1983, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **66**, 1003.
HORLEY, H.V.; CHIVA, M., 1961, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **47**, 306
JAMES, A.T.; MARTIN, A.J.P., 1952, *Biochem. J.*, **50**, 679
JAMES, A.T.; MARTIN, A.J.P., 1952, *Analyst*, **77**, 915.
JAMES, J.P.; SPENCE, J.H.; FORD, J.H., 1984, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **67**, 1091.
KARMEN, A.; GIUFFRIDA, L., 1964, *Nature*, **201**, 1204
KITADA, Y.; SASAKI, M.; TANIGAWA, K., 1982, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **65**, 1302
KOVACS, M.F.; 1963, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **46**, 884.
KRAUSE, R.T., 1983, *J. Chromatogr.*, **255**, 497.
LEONE, G.; CONTI, G.G.; MARTINELLI, D., 1981, *Riv. Soc. Italiana Sc. Alim.*, **6**, 383.
LIPSKY, S.R.; LANDOWE, R.A.; LOVELOCK, J.E., 1959, *Anal. Chem.*, **31**, 852.
LORES, E.M.; Moseman, R.F., 1978, Paper nº 314, *30th Southern Regional Meeting*, American Chemical Society, Savannah, Georgia.
LOVELOCK, J.E., 1960, *Nature*, **187**, 49.
LOVELOCK, J.E., LIPSKY, S.R., 1961, *J. Am. Chem. Soc.*, **82**, 431.
LOVELOCK, J.E., *Anal. Chem.*, **35**, 474.

MATTISEK, R ; HARPER, B ; LEHNGUTH. R . 1985. *Fresenius' Z Anal. Chem*, **322,** 465.
MAYER. W.J ; GREENBERG, M S , 1981. *J Chromatogr*. **208,** 295
MUSZKAT, L ; AHARONSON. N , 1986. *N. Anal Methods Pestic. Plant Growth Regul*. **14,** 95
NEHMER. U ; DIMOV, N . 1984. *J. Chromatogr*, **288,** 227.
OHLIN. B ; FLYGH, E . 1986a. *Vaar Föda,* **38** Suppl. 1. 56
OHLIN. B.. 1986b, *Vaar Föda.* **38** Suppl 2, 111.
OSSELTON. M D ; SNELLING. R D . 1986, *J Chromatogr*. **368,** 265
PARKER, C E ; HANEY. C A ; HASS. J R., 1982, *J. Chromatogr*. **237,** 233
PATIL. V.B ; SEVAIKAR. M.T ; PADALIKAR, S V . 1987. *J Chromatogr.,* **396,** 441
PEREZ. R L , 1982. *J Chromatogr.*. **243,** 178
RAY. N H , 1952, *J. Appl. Chem*. **4,** 82.
SCHULTE, E ; ACKER. L . 1974. *Fresenius' Z Anal Chem*. **268,** 260.
SCOTT. J A.; McLENAGHAN, C C ; LANTHIER, J S . 1981, *Western Canada Pesticide Residue Workshop.* 1981
SIIVINEN, K., 1989. *I Seminario Internacional sobre Residuos de Plaguicidas,* Almería. 1989
SINGH, A K ; HEWETSON, D.W ; JORDON. K C ; ASHRAF. M . 1986, *J. Chromatogr.*. **369,** 83
SISSONS. D ; WELTI, D.. 1971, *J Chromatogr.,* **60,** 15.
SKELLY. N E ; JACKSON, D.J ; ANDERSON. P K . 1981. *J Assoc. Off Anal. Chem.,* **64,** 628.
SPITTLER, T D ; MARAFIOTI, R.A ; HELFMAN. G W ; MORSE. R A . 1986, *J Chromatogr.,* **352,** 439
STAN. H J ; GOEBEL, H , 1983a, *J Chromatogr.*. **268,** 55
STAN. H J ; MROWETS. D , 1983b, *J. Chromatogr*. **279,** 173
STAN. H.J., 1989, *J. Chromatogr*, **467,** 85
STRINGARI, G.. 1985, *Inf Fitopatol*. **35,** 48
TACCHEO, M.B ; SPESSOTTO, C ; BRESIN. B ; BAGAROLO. L.. 1984, *Pestic. Sci.,* 15, 612.
TACCHEO. M.B ; BAGAROLO, L ; PARONI. S . 1985. *Inf Fitopatol*. **35,** 41
THOMAS. M B ; STURROCK, P E , 1986. *J Chromatogr*. **357,** 318.
VOYSKNER. R D ; BURSEY, J T ; PELLIZZARI. E D . 1984. *J. Chromatogr.*. **312,** 221
WAN, H , 1989, *J Chromatogr.,* **469,** 403.
WHITE, P C , 1984, *Analyst,* **109,** 677.
WILSON, A M ; BUSHWAY. R J., 1981, *J. Chromatogr.*. **214,** 140
WRIGHT, L H , 1982, *J Chromatogr. Sci*. **20,** 1.
YAMAMURA, J M , 1962. *Proc Japan Acad*. **38.** 129

Humor, *por Lopesánchez*



- Fijaros , esa debe ser la etapa de mañana !

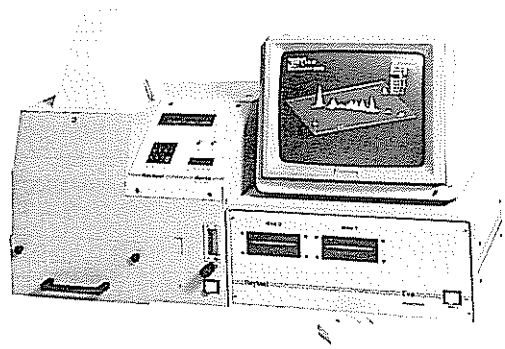
INSTRUMENTACION PARA

RADIOCROMATOGRAFIA

TLC

RSM

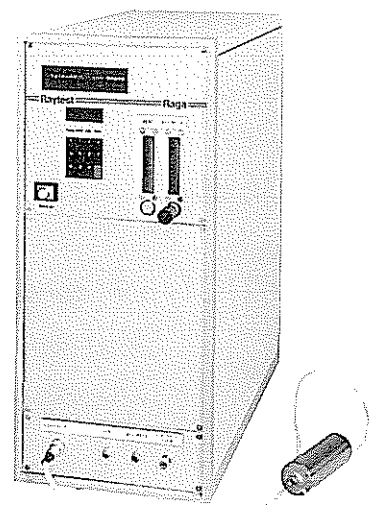
Instrumento para la medida y distribución de la radiactividad para aplicaciones en Cromatografía de capa fina.



GC

RSM

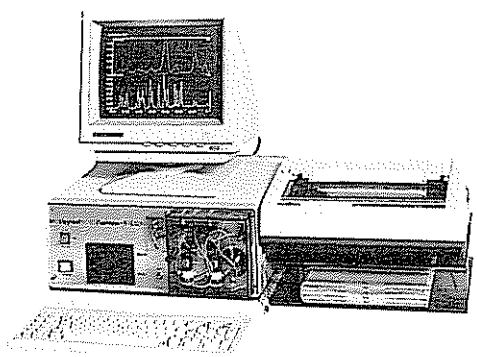
Equipo diseñado para la radiocromatografía de gases. La evaluación de los cromatogramas puede registrarse en un sistema de datos o un P.C.



HPLC

RSM

Varias versiones, hasta 6 canales con o sin mezclador,almacenaje de datos y cromatogramas.



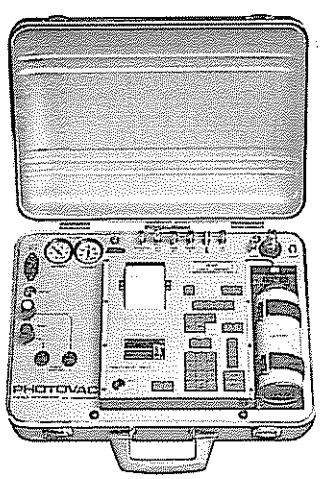
CROMATOGRAFIA DE GASES

CON DETECTORES DE FOTOIONIZACION

CROMATOGRAFO PORTATIL

PHOTOVAC

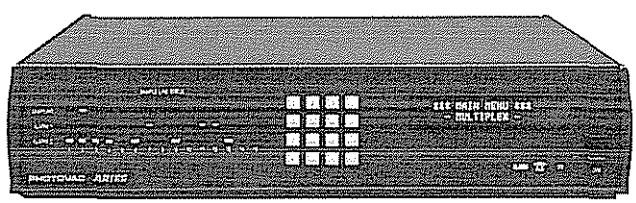
Para análisis en campo y laboratorio



CROMATOGRAFO DE AREA

PHOTOVAC

Con 15 puntos de muestreo y 10 compuestos memorizados con prealarmas y alarmas.



MAS NIETO S.A.

08034 BARCELONA Josep Iria i Bosch, 5
T. (93) 203 27 08 - Telex 53986 - Telefax (93) 204 58 53
28008 MADRID Quintana, 23 Teléfono (91) 541 93 67

Programa para el cálculo de la recuperación en procedimientos de extracción

J. Tabera y G. Reglero
Instituto de Fermentaciones Industriales (C.S.I.C.), Juan de la Cierva, 3 28006 Madrid

INTRODUCCION

El empleo de técnicas de aislamiento y concentración está íntimamente relacionado con el análisis cromatográfico. Su uso está ampliamente extendido ya que son muy pocas las muestras que pueden analizarse directamente. La baja concentración de los solutos a determinar y la presencia de interferencias obligan al aislamiento y concentración de los compuestos de interés.

A fin de obtener en el extracto una imagen representativa de la muestra, deben tomarse las precauciones necesarias para evitar en lo posible pérdidas de solutos o formación de nuevos compuestos durante el proceso (1) y, en cualquier caso, debe conocerse la recuperación obtenida por el método de extracción.

El cálculo de dicha recuperación se ha venido realizando de modo puntual comparando, para cada compuesto, la concentración existente en la muestra antes y después de la extracción. Para un determinado soluto tendremos un valor de recuperación referido a la concentración estudiada, y no podremos conocer, debido al error experimental, hasta qué punto dicho valor seguirá siendo válido para concentraciones diferentes. Es más conveniente realizar el estudio abarcando un intervalo de concentraciones de cierta amplitud en el que poder establecer la correspondiente recta de calibrado.

En este trabajo se ha seguido el procedimiento utilizado por González Raurich (2), y a partir del mismo se ha confeccionado un programa de cálculo. El procedimiento consiste en lo siguiente:

1.-Preparar de cada compuesto y en cada caso una serie de soluciones patrón de concentraciones conocidas, que se analizarán cromatográficamente. Preparar una segunda serie de soluciones de concentraciones iguales a las anteriores, que se extraerán, analizando los extractos resultantes.

2.-Calcular para cada soluto las rectas de regresión:

$$y = a + bx \qquad (1)$$

donde x es la concentración de soluto e y el área de su pico cromatográfico. Estas rectas se calculan tanto para las soluciones patrón como para los extractos.

3.-Realizar el estudio de la significación de la ordenada en el origen, a. Dada la naturaleza de las muestras analizadas las rectas de regresión deberían pasar por el origen, lo que no ocurrirá en la mayoría de los casos debido al error experimental. Es pues preciso estudiar hasta qué punto los valores obtenidos para a puedan ser atribuibles a dicho error.

4.-Despreciar la ordenada en el origen, si a no ha resultado significativa y calcular una nueva recta de regresión:

$$y = b_2x \qquad (2)$$

La relación entre las nuevas pendientes, b_2, para el extracto y para la solución patrón indicará la recuperación obtenida para dicho soluto. De la ec. (2) se deduce que, para cualquier valor de x, esa relación entre pendientes equivale a la relación entre las áreas de los picos cromatográficos, de modo que se consigue el mismo tipo de información que con el procedimiento puntual, pero con dos ventajas sustanciales: 1) los resultados tienen aplicabilidad para cualquier valor de concentración dentro del intervalo estudiado, 2) aumenta la exactitud de los resultados porque se usa la información procedente de varias concentraciones, resumidas en un modelo que hace mínimas las desviaciones cuadráticas.

En este trabajo se presenta un ejemplo de aplicación del programa citado. Se trata de calcular la recuperación de tres compuestos en tres procedimientos de Extracción y Destilación Simultánea, SDE (3), en los que se emplean distintos disolventes orgánicos.

MATERIAL Y METODOS

Extracción

Soluciones acuosas de acetato de isopentilo, hexanoato de etilo y 1-hexanol con concentraciones de 0.1, 0.5 y 1.0 mg/l de cada soluto se extrajeron por SDE utilizando como disolventes n-pentano, diclorometano o la mezcla pentano-diclorometano (5:1). Las condiciones de la extración fueron las siguientes:

Volumen de muestra	250	ml
Volumen de disolvente	1.5	ml
Tiempo de extracción	1.5	h
Temperatura de la muestra	120	ºC (baño)
Temperatura del disolvente	45	ºC (baño)
Temperatura del dedo frío	-5	ºC

Análisis

5 µl de cada uno de los extractos obtenidos se analizaron por cromatografía de gases, y las áreas resultantes se compararon con las de soluciones sintéticas de referencia de los tres solutos en cada uno de los tres disolventes mencionados, en las concentraciones que cabría esperar suponiendo una recuperación del 100% en cada caso.

Procedimiento de cálculo

Para el cálculo de las rectas de regresión y el estudio de la significación de la ordenada en el origen se han utilizado las siguientes ecuaciones (4):

$$b = (\Sigma x_i y_i - (\Sigma x_i \Sigma y_i/n))/(\Sigma x_i x_i - (\Sigma x_i \Sigma x_i/n)) \qquad (3)$$

$$a = (\Sigma y_i/n) - b\,(\Sigma x_i/n) \qquad (4)$$

$$\hat{y} = a + b\,x_i \qquad (5)$$

$$s^2 = \Sigma\,(y_i-\hat{y}_i)^2/(n-2) \qquad (6)$$

$$t_a = a\sqrt{(n\Sigma x_i x_i - \Sigma x_i \Sigma x_i)}/s\sqrt{(\Sigma x_i x_i)} \qquad (7)$$

$$R^2=\Sigma(\hat{y}_i - (\Sigma y_i/n))^2/\Sigma(y_i - (\Sigma y_i/n)^2 \qquad (8)$$

$$b_2 = \Sigma x_i y_i/\Sigma x_i x_i \qquad (9)$$

donde n es el número de puntos, a y b la ordenada en el origen y la pendiente de la recta de regresión (1), $\hat{y}_i$ el valor de y estimado con al ec. (1), s^2 la varianza residual del análisis de la varianza de la regresión, R^2 el coeficiente de determinación, t_a el estadístico t de Student de la ordenada en el origen y b_2 la pendiente de la recta de regresión (2). En cualquier texto de Estadística o de Análisis de Regresión se encontrarán más detalles sobre los cálculos.

El valor de t_a deberá compararse con el tabulado de la distribución t de Student para n-2 grados de libertad, el nivel de significación deseado (normalmente α = 0.05) y para el contraste de dos colas, puesto que estamos interesados en determinar si a es significativamente distinta de cero, sin importarnos si es mayor o menor. Si el valor de t_a es inferior al tabulado no se habrán detectado diferencias significativas y podremos suponer que la recta pasa por el origen y calcular el valor de b_2. Si el valor de t_a es igual o mayor que el tabulado, a es diferente de cero y no estamos autorizados a utilizar la recta de regresión (2) en sustitución de la (1); esto será indicio de errores importantes en los datos.

Programa de cálculo

Todo el procedimiento de cálculo anterior ha sido programado en lenguaje GWBASIC (BASICA) pretendiendo flexibilizar y agilizar al máximo la introducción y manipulación de datos por entender que éste es el aspecto más tedioso del mismo. Los listados se incluyen en el ANEXO 1. Se proporcionarán los programas a quien los solicite, para lo cual debe enviar un disquete de 5.25" o 3.5".

El programa SDEDAT.BAS se ha concebido para la introducción de datos y su almacenamiento en ficheros de acceso secuencial, de modo que una vez introducidos estén siempre disponibles para el cálculo u otros usos sin necesidad de volverlos a teclear. Cada fichero está constituido por los datos (6 en nuestro caso) correspondientes a las áreas de los picos obtenidos con un compuesto y un disolvente (y_i). Los tres primeros corresponden a extractos y los otros tres a patrones. Los datos de concentración (x_i), comunes a extractos y patrones, se incluyen en el programa principal.

En la línea 50 se indica al programa el número total de datos. Obviamente el valor 6 puede sustituise por cualquier otro si se desea aumentar el número de puntos con los que efectuar las regresiones; por supuesto, en la misma medida habría que cambiar los datos de concentración que figuran en el programa principal. Se ha utilizado una sentencia READ-DATA para evitar que se pregunte el número de datos cada vez que se vayan a introducir éstos, agilizando así la entrada. Por el mismo motivo se cicla el programa con la línea 160, de modo que se pueda introducir una nueva serie de datos sin necesidad de rearrancar el programa. Cuando no se necesite introducir más datos habrá que interrumpir la ejecución pulsando Ctrl-Break.

El programa SDERECU.BAS opera sobre los ficheros de datos creados en el programa anterior. Con las líneas 80, 120 y 140 se determinan el número total de puntos a utilizar (extractos + patrones) - que, lógicamente, deben coincidir con los indicados en el programa de creación del fichero de datos- y los valores de concentración (x_i), comunes a extractos y patrones. Como en el programa anterior se ha optado por incluir estos valores en una sentencia READ-DATA para agilizar su utilización; evidentemente, la línea 140 debe ser cambiada cada vez que se usen series con diferentes números de puntos o valores de concentración.

Después de la lectura de datos (líneas 180-260) se procede a efectuar los cálculos de las ec. (3) a (9). Aunque el programa realiza el cálculo completo para todos los casos, recuérdese que solamente estaremos autorizados a sustituir la recta de regresión (1) por la (2) cuando la ordenada en el origen no resulte significativamente distinta de cero. Después de la pendiente b_2 se calcula el porcentaje de recuperación y se presenta, a efectos de comparación, junto con los obtenidos punto a punto. Los resultados pueden imprimirse o simplemente presentarse en pantalla, según la opción elegida en la línea 40.

Con la línea 1130 se devuelve el control a la lectura de un nuevo fichero de datos, en un intento de agilizar el proceso de cálculo de largas series. De nuevo habrá que pulsar Ctrl-Break para interrumpir la ejecución.

RESULTADOS Y DISCUSION

En el ANEXO II se incluyen las salidas a la impresora correspondientes a las muestras analizadas. Los ficheros de datos se han nombrado con las primeras letras del disolvente seguidas de un número de identificación del compuesto (01 para acetato de isopentilo, 03 para hexanoato de etilo y 05 para 1-hexanol). Los datos experimentales se recogen en la Tabla I.

En nuestro caso el valor de t_a deberá compararse con el valor tabulado de la t de Student para un grado de libertad y α=0.05, es decir, con t=12.70; puede observarse que ninguna de las ordenadas en el origen resultaron ser significativas, por lo que en todos los casos se pudieron utilizar las pendientes b_2 para efectuar el cálculo de la recuperación.

Al comparar la recuperación global (ajustada) con las puntuales que se obtendrían directamente de la Tabla I por división de áreas, se observa que sistemáticamente las diferencias aumentan conforme disminuye la concentración, lo que indica que los puntos más afectados de error son los de menor concentración, lo que es perfectamente asumible desde un punto de vista experimental. Si el cálculo se efectúa punto a punto la recuperación depende de la concentración estudiada, lo que, además de ser difícil de explicar, resulta muy inconveniente en la práctica. La carencia de este defecto es un atractivo más, a sumar a los anteriormente expuestos, que posee este

TABLA I

Areas absolutas (u.a./103) de los picos cromatográficos obtenidos con los compuestos Acetato de isopentilo (1), Hexanoato de etilo (3) y 1-Hexanol (5) en tres disolventes.

	DISOLVENTES								
	PENTANO			DICLOROMETANO			PENT-DICL (5:1)		
	COMPUESTOS								
CONC. (mg/1)	1	3	5	1	3	5	1	3	5
EXTRACTO 0 1	1.001	1.419	1.406	1.312	1.215	1.477	0 750	0.826	0.829
EXTRACTO 0.5	2.099	8.760	7.761	5 090	4 708	6.077	4 625	4.202	5.187
EXTRACTO 1.0	11.415	10.777	13221	8 551	8.133	9.302	6.429	6.592	7.442
PATRON 0.1	1.697	1.487	1.992	1 528	1.515	1.629	1.306	0.912	1.053
PATRON 0.5	10.324	10.192	11.363	9 384	8.965	9.828	8.314	7.233	7 661
PATRON 1.0	28.188	23.269	28.513	18 533	17 347	20.242	18.666	17.039	16 251

procedimiento de determinación de las recuperaciones.

En cuanto al ejemplo utilizado, la comparación de las recuperaciones alcanzadas con los tres disolventes revelan una superioridad de los puros frente a su mezcla; sin embargo, no pueden detectarse diferencias en conjunto entre el pentano y el diclorometano, de modo que si se trata de elegir el más adecuado de ellos para extraer los tres compuestos en cuestión no podría hacerse en función, exclusivamente, de la recuperación; habría que tener en cuenta otras características.

Agradecimientos

A José Luis Andreu, por la realización de los extractos SDE

Financiación: Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnologia, proyecto Tali-88-0237

BIBLIOGRAFIA

1.-H Maarse y R. Belz, "Isolation, separation and identification of volatile compounds in aroma research", D Reidel Pub Co., Dordrech, Holland (1985) pp 4-59

2.-M González Raurich, "Volátiles minoritarios de los vinos españoles Caracterización de los principales vinos procedentes de uvas tintas". Tesis doctoral Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid (1986)

3 -M. Godefroot. P Sandra y M. Verzele, "New method for quantitative essential oil analysis" J Chromatogr 203 (1981) 325-335

4.-N.R Draper y H Smith. "Applied regression analysis", J. Wiley & Sons Inc. 2º ed , N. York (1981), p 8 y sigs

ANEXO I

```
10 REM ***********************
20 REM * PROGRAMA SDEDAT.BAS *
30 REM ***********************
40 READ P
50 DATA 6
60 INPUT "NOMBRE FICHERO DATOS"; N$
70 PRINT "PRIMERO EXTRACTOS, DESPUES PATRONES"
80 FOR I=1 TO P
90 PRINT "Y(";I;") ";:INPUT Y(I)
100 NEXT I
110 OPEN N$ FOR OUTPUT AS #1
120 FOR I=1 TO P
130 WRITE #1, Y(I)
140 NEXT I
150 CLOSE #1
160 GOTO 60
```

```
10 REM ********************************
20 REM *      PROGRAMA SDERECU.BAS      *
30 REM ********************************
40 INPUT "SALIDA A IMPRESORA (S/N)";R$
50 REM ***********************************************
60 REM * LECTURA NUMERO DATOS Y VALORES CONCENTRACION *
70 REM ***********************************************
80 READ P
90 N=P/2
100 DIM X(N),EY(N),PY(N),EYE(N),REC(N)
110 FOR I=1 TO N
120 READ X(I)
130 NEXT I
140 DATA 6,0,1,0.5,1.0
150 REM ********************************************
160 REM * LECTURA DATOS AREAS DE FICHERO SECUENCIAL *
170 REM ********************************************
180 INPUT "NOMBRE FICHERO DATOS";N$
190 OPEN N$ FOR INPUT AS #1
200 FOR I=1 TO N
210 INPUT #1, EY(I)
220 NEXT I
230 FOR I=N+1 TO P
240 INPUT #1, PY(I-N)
250 NEXT I
260 CLOSE #1
270 REM ***********************************
280 REM * CALCULO RECTAS REGRESION Y=A+B*X *
290 REM ***********************************
300 SX=0:ESY=0:PSY=0:SXX=0:ESXY=0:PSXY=0:ESRC=0
310 PSRC=0:ESRN=0:PSRN=0:ESRD=0:PSRD=0
320 FOR I=1 TO N
330 SX=SX+X(I)
340 ESY=ESY+EY(I)
350 SXX=SXX+X(I)*X(I)
360 ESXY=ESXY+X(I)*EY(I)
370 PSY=PSY+PY(I)
380 PSXY=PSXY+X(I)*PY(I)
390 NEXT I
400 EB=(ESXY-((SX*ESY)/N))/(SXX-((SX*SX)/N))
410 EA=(ESY/N)-EB*(SX/N)
420 PB=(PSXY-((SX*PSY)/N))/(SXX-((SX*SX)/N))
430 PA=(PSY/N)-PB*(SX/N)
440 REM ****************************************
450 REM * CALCULO COEFICIENTES DETERMINACION Y *
460 REM * SIGNIFICACION ORDENADAS ORIGEN        *
470 REM ****************************************
480 FOR I=1 TO N
490 EYE(I)=EB*X(I)+EA
500 ESRC=ESRC+(EY(I)-EYE(I))^2
510 ESRN=ESRN+(EYE(I)-ESY/N)^2
520 ESRD=ESRD+(EY(I)-ESY/N)^2
530 PYE(I)=PA+PB*X(I)
540 PSRC=PSRC+(PY(I)-PYE(I))^2
550 PSRN=PSRN+(PYE(I)-PSY/N)^2
560 PSRD=PSRD+(PY(I)-PSY/N)^2
570 NEXT I
580 ER2=ESRN/ESRD
590 ES=SQR(ESRC/(N-2))
600 ETA=(ABS(EA)*SQR((N*SXX)-SX*SX))/(ES*SQR(SXX))
610 PR2=PSRN/PSRD
620 PS=SQR(PSRC/(N-2))
630 PTA=(ABS(PA)*SQR((N*SXX)-SX*SX))/(PS*SQR(SXX))
640 REM ************************************************
650 REM * CALCULO RECTAS REGRESION Y=B*X Y RECUPERACIONES *
660 REM ************************************************
670 EB2=ESXY/SXX
680 PB2=PSXY/SXX
```

```
690 RECU=(EB2/PB2)*100
700 FOR I=1 TO N
710 REC(I)=(EY(I)/PY(I))*100
720 NEXT I
730 REM ****************************************
740 REM * PRESENTACION RESULTADOS EN PANTALLA *
750 REM ****************************************
760 CLS
770 PRINT "EXTRACTOS ";N$
780 PRINT "B= ";EB,"A= ";EA,"R2= ";ER2
790 PRINT "ta= ";ETA,"B2= ";EB2
800 PRINT:PRINT
810 PRINT "PATRONES ";N$
820 PRINT "B= ";PB,"A= ";PA,"R2= ";PR2
830 PRINT "ta= ";PTA,"B2= ";PB2
840 PRINT:PRINT
850 PRINT "RECUPERACIONES ";N$:PRINT
860 PRINT "PUNTUALES (EXPERIMENTALES): "
870 FOR I=1 TO N
880 PRINT "X= ";X(I),REC(I);"%"
890 NEXT I
900 PRINT
910 PRINT "GLOBAL (AJUSTADA)= ";RECU;"%"
920 PRINT:PRINT:PRINT
930 IF R$<>"S" AND R$<>"s" THEN GOTO 180
940 REM ************************
950 REM * IMPRESION RESULTADOS *
960 REM ************************
970 LPRINT "EXTRACTOS ";N$
980 LPRINT "B= ";EB,"A= ";EA,"R2= ";ER2
990 LPRINT "ta= ";ETA,"B2= ";EB2
1000 LPRINT:LPRINT
1010 LPRINT "PATRONES ";N$
1020 LPRINT "B= ";PB,"A= ";PA,"R2= ";PR2
1030 LPRINT "ta= ";PTA,"B2= ";PB2
1040 LPRINT:LPRINT
1050 LPRINT "RECUPERACIONES ";N$:LPRINT
1060 LPRINT "PUNTUALES (EXPERIMENTALES): "
1070 FOR I=1 TO N
1080 LPRINT "X= ";X(I),REC(I);"%"
1090 NEXT I
1100 LPRINT
1110 LPRINT "GLOBAL (AJUSTADA)= ";RECU;"%"
1120 LPRINT:LPRINT:LPRINT
1130 GOTO 180
```

ANEXO II

```
EXTRACTOS DICLORO1
B=  7.997374  A=   7190671  R2=  .9920389
ta=  1.548804               B2=  8.910475

PATRONES DICLORO1
B=  18.87     A= -.2490006  R2=  .9995921
ta=  1.008308               B2=  18.55381

RECUPERACIONES DICLORO1

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X=  1          85.86388 %
X=  .5         54.24127 %
X=  1          46.13931 %

GLOBAL (AJUSTADA)=  48.02504 %


EXTRACTOS DICLORO3
B=  7.652378  A=  .6040655  R2=  .9951444
ta=  1.743788               B2=  8.419446

PATRONES DICLORO3
B=  17.55721  A= -8.818149E-02          R2=  .9990951
ta=  .2574987               B2=  17.44524

RECUPERACIONES DICLORO3

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X=  .1         80.19805 %
X=  .5         52.51534 %
X=  1          46.8842 %

GLOBAL (AJUSTADA)=  48.26214 %


EXTRACTOS DICLORO5
B=  8.601709  A=  1.031322  R2=  .9729798
ta=  1.110191               B2=  9.911326

PATRONES DICLORO5
B=  20.68713  A= -.4668036  R2=  .9999795
ta=  7.675538               B2=  20.09437

RECUPERACIONES DICLORO5

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X=  .1         90.7121 %
X=  .5         61.83354 %
X=  1          45.95396 %

GLOBAL (AJUSTADA)=  49.3239 %

EXTRACTOS PENTANO1
B=  11.61459  A= -.3561158  R2=  .9966065
ta=  .8107437               B2=  11.16238

PATRONES PENTANO1
B=  29.69237  A= -2.432934  R2=  .981993
ta=  .9336762               B2=  26.60294

RECUPERACIONES PENTANO1

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X=  1          58.98645 %
X=  .5         49.38977 %
X=  1          40.49596 %

GLOBAL (AJUSTADA)=  41.95921 %


EXTRACTOS PENTANO3
B=  10.13697  A=  1.578951  R2=  .8614321
ta=  .5992608               B2=  12.14199

PATRONES PENTANO3
B=  24.28221  A= -1.301178  R2=  .9973696
ta=  1.610159               B2=  22.62992

RECUPERACIONES PENTANO3

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X=  .1         95.42703 %
X=  .5         85.94976 %
X=  1          46.31484 %

GLOBAL (AJUSTADA)=  53.65457 %


EXTRACTOS PENTANO5
B=  13.03729  A=  .5094433  R2=  .9884304
ta=  .5573172               B2=  13.68421

PATRONES PENTANO5
B=  29.66582  A= -1.865769  R2=  .9892864
ta=  .9325522               B2=  27.29659

RECUPERACIONES PENTANO5

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X=  .1         70.58233 %
X=  .5         68.30063 %
X=  1          46.36832 %

GLOBAL (AJUSTADA)=  50.13157 %
EXTRACTOS PENDICO1
B=  6.199261  A=  .6283941  R2=  .9280407
ta=  .5617057               B2=  6.997222

PATRONES PENDICO1
B=  19.34689  A= -.8896732  R2=  .9978211
ta=  1.518455               B2=  18.21714

RECUPERACIONES PENDICO1

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X=  1          57.42726 %
X=  .5         55.62906 %
X=  1          34.4423 %

GLOBAL (AJUSTADA)=  38.4101 %
```

EXTRACTOS PENDIC03
B= 6 340002 A= 4919989 R2= .973835
ta= 7305121 B2= 6 964762

PATRONES PENDIC03
B= 17 98828 A= -1 199084 R2= .9963972
ta= 1 710512 B2= 16 46564

RECUPERACIONES PENDIC03

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X= .1 90 57018 %
X= .5 58 09485 %
X= 1 38 68772 %

GLOBAL (AJUSTADA)= 42 29878 %

EXTRACTOS PENDIC05
B= 7 231473 A= 6292143 R2= 9408628
ta= 5355281 B2= 8 030476

PATRONES PENDIC05
B= 16 89869 A= - 6909666 R2= .9998771
ta= 5 689301 B2= 16 02127

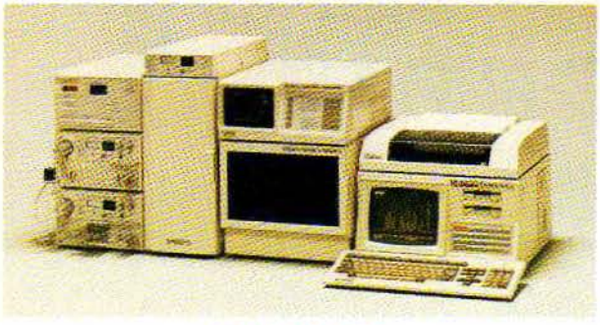
RECUPERACIONES PENDIC05

PUNTUALES (EXPERIMENTALES):
X= 1 79 72745 %
X= .5 67 70657 %
X= 1 45 79411 %

GLOBAL (AJUSTADA)= 50 12384 %

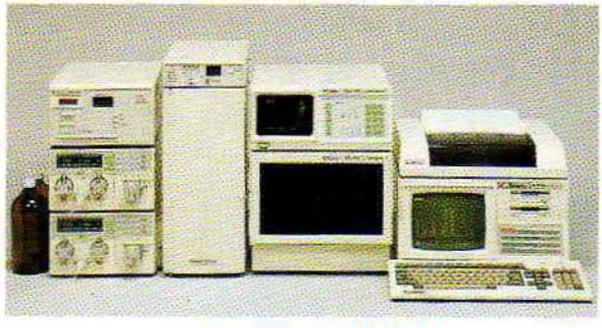
SHIMADZU HPLC

LC-6A



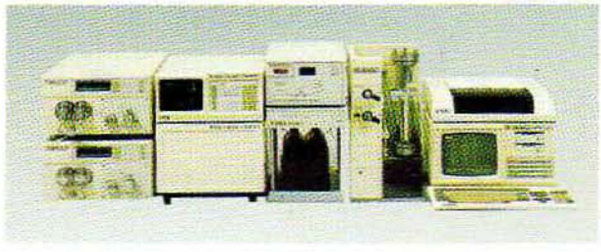
ANALITICO

LC-9A



INVESTIGACION

LC-8A



PREPARATIVO

SU ELECCION EN HPLC

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

IZASA

SHIMADZU

DELEGACION CATALUÑA: 425 01 00. **BILBAO:** 476 13 50. **GIJON:** 35 67 46.
GRANADA: 28 07 50. **LAS PALMAS:** 28 21 48. **MADRID:** 653 71 99.
MALAGA: 39 28 87. **MURCIA:** 29 87 11. **PALMA DE MALLORCA:** 28 91 71.
SANTANDER: 25 30 16. **SANTIAGO DE COMPOSTELA:** 58 28 00.
SALAMANCA: 24 09 70. **SEVILLA:** 436 41 66. **TENERIFE:** 61 60 51.
VALENCIA: 347 66 25. **VALLADOLID:** 23 59 27. **ZARAGOZA:** 56 04 46.

Noticias del GCTA

REUNION ANUAL 1990

Tendrá lugar en Barcelona, en el marco de EXPOQUIMIA, formando parte de las V Jornadas de Análisis Instrumental.

Organización

Las V JAIs, que incluirán la XII Reunión nacional de Espectroscopia y la XIX Reunión del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines, están organizadas por:

- Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines.
- Sociedad Española de Química Analítica.
- Comité Español de Espectroscopia.
- Grupo Espectroquímico.
- Grupo de Análisis Térmico.

Lugar y fecha

Palacio de Congresos de la Fira de Barcelona, del miércoles 7 al viernes 9 de noviembre.

Programa científico

Constará de conferencias generales, comunicaciones orales y carteles.

Se pronunciarán siete conferencias generales, teniendo confirmadas al cierre de la edición las siguientes:

- Prof. O. Axner (Chalmers, Suecia) "Laser enhanced ionization spectrometry in flames for ultra sensitive trace element analysis".
- Prof. R. Hester (York, UK) "Vibrational spectroscopic studies of biomolecular structures".
- Prof. R. Kaptein (Utrech, Holanda) "The study of protein structure and protein-DNA interaction by 2D and 3D NMR".
- Prof. O. Wolffeis (Graz, Austria) "Chemical and biochemical optical sensors for anlysis and control of biological materials".
- Prof. J. van der Greef (Leiden, Holanda) "Present and futur uses of modern combined chromatographic and mass spectrometric techniques".

Se han recibido más de cien comunicaciones. A continuación se relacionan los títulos de las comunicaciones recibidas sobre cromatografía y técnicas afines dentro de plazo.

Premio Antonio Hidalgo

Perkin-Elmer Hispania patrocina este premio, que en su tercera edición está dotado con 300.000 pesetas, que el comité organizador otorgará a la mejor comunicación presentada.

Ayudas económicas

Los grupos organizadores concederán ayudas económicas a jóvenes investigadores que no dispongan de otras subvenciones. En la solicitud se hará constar:

- Nombre y edad del solicitante.
- Centro de trabajo y dirección postal.
- Situación en el centro de trabajo.
- Título de la comunicación presentada.
- Ingresos mensuales.

Estos datos, junto con la no disponibilidad de otras subvenciones para asistir a estas jornadas, deberán venir avalados por el director de trabajo o de centro. Las solicitudes se dirigirán a la Secretaría de las jornadas junto con el resumen del trabajo.

Correspondencia: Secretaría de Expoquímia, Avda. Reina M. Cristina, s/n, 08004 Barcelona, tel. (93) 423 31 01, fax (93) 423 86 51

EXTRACCION DEL FACTOR ACTIVANTE DE LAS PLAQUETAS MEDIANTE EL USO DE MINICOLUMNAS C18 DE FASE REVERSA.

D. Tost*, G. Bioque, E. Bastida*, G. Carganico, J. Roselló-Catafau y E. Gelpi.

Departamento de Neuroquímica, CID-CSIC, Jordi Girona, 18-26, 08034 Barcelona. *Lab. Menarini, S.A., Badalona, Barcelona.

ANALISIS POR HPLC DE LIGNINAS ENZIMATICAMENTE DEGRADADAS.

Vicente, C., Legaz, M.E.

Laboratorio de Fisiología Vegetal. Grupo de Líquenes. Facultad de Biología. Universidad Complutense, 28040 Madrid.

SEGUIMIENTO, MEDIANTE HPLC, DE LA PURIFICACION DE DIFERENTES ARGINASAS DE ORIGEN LIQUENICO.

Pedrosa, M.M., Legaz, M.E.

Laboratorio de Fisiología Vegetal. Grupo de Líquenes. Facultad de Biología. Universidad Complutense. 28040 Madrid.

SEPARACION DE POLIALCOHOLES MEDIANTE HPLC

Mateos, J.L., Legaz, M.E.

Laboratorio de Fisiología Vegetal. Grupo de Líquenes. Facultad de Biología. Universidad Complutense, 28040 Madrid.

SEPARACION POR HPLC Y ANALISIS IR DE COMPONENTES DE PAREDES CELULARES DE CAÑA DE AZUCAR.

Legaz, M.E.*, Martínez, M.**, Paneque, M.**, Vicente, C.*

*Laboratorio de Fisiología Vegetal. Facultad de Biología. Universidad Complutense, 28040 Madrid.

**Departamento de Fisiología Vegetal, Facultad de Biología, Universidad de La Habana, Cuba.

ANALISIS MEDIANTE HPLC DE UNA CARBOXIPEPTIDASA DE COTILEDONES DE GARBANZO.

Mahíllo, E., Martín, L.

Laboratorio de Fisiología Vegetal. Facultad de Biología. Universidad Complutense, 28040 Madrid.

APLICACION DE LA CROMATOGRAFIA DE GASES Y LA ESPECTROMETRIA DE MASAS PARA LA EVALUACION DEL GRADO DE HIDROGENACION DEL ACEITE DE ANTRACENO.

M.J. Villagrá, M.J. Chomón, I. de Marco y J.A. Legarreta.
Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales y de Telecomunicación de Bilbao. Alameda de Urquijo, s/n. 48013 Bilbao.

DETERMINACION DE FENOLES Y AMINAS EN AGUAS POR H.P.L.C. Y DETECCION ELECTROQUIMICA.
M.T. Galcerán y F.J. Santos.
Departament de Química Analítica. Universitat de Barcelona. Diagonal, 647, 08020 Barcelona.

DETERMINACION DE DIETILESTILBESTROL, DIENESTROL Y HEXESTROL EN TEJIDOS ANIMALES POR CROMATOGRAFIA LIQUIDA DE ALTA PRESION EN FASE REVERSA.
L. Saldaña, J.A. Miguel y J.L. Milán.
Departamento de Producción Animal. C.I.T. I.N.I.A. Embajadores, 68. 28012 Madrid.

EFECTO DE LA TEMPERATURA Y DEL MODIFICADOR ORGANICO EN EL ANALISIS DE TRIGLICERIDOS POR HPLC EN GRADIENTE DE ELUCION.
L.J.R. Barrón, M.T.G. Hierro y G. Santa-María.
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC). Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.

DETERMINACION DE RESIDUOS DE DIETILESTILBESTROL, DIENESTROL Y HEXESTROL EN ORINA DE ANIMALES.
Macho, M.L.; Gabiola, C. y Eguileor, I.
Laboratorio de Salud Pública. Dirección de Salud de Vizcaya. Bilbao. María Díaz de Haro, 60. 48010 Bilbao.

DETERMINACION DE COMPUESTOS ORGANOCLORADOS EN LECHES POR CG.
Y. Picó, M.J. Redondo, J. Mañes y G. Font.
Laboratorio de Bromatología y Toxicología. Facultat de Farmacia. Universitat de Valencia. Avda. Blasco Ibáñez, 13. 46013 Valencia.

UTILIZACION DE LA ESPECTROMETRIA DE LENTE TERMICA PARA DETECCION FIA Y HPLC CON DERIVATIZACION POST-COLUMNA.
E.F. Simó Alfonso y G. Ramis Ramos.
Departamento de Química Analítica, Facultad de Química, Universitat de Valencia, 46100 Burjassot (Valencia).

DETERMINACION DE IONES METALICOS MEDIANTE HPLC CON DETECCION TERMO-OPTICA.
E.F. Simó*, G. Ramis*, L. Hernández, J.M. Estela y V. Cerdá.
*Departamento de Química Analítica, Facultad de Química. Universidad de Valencia, 46100 Burjassot (Valencia). Departamento de Química, Facultad de Ciencias. Universidad de las Islas Baleares, 07071 Palma de Mallorca.

DETERMINACION DE HIDROCARBUROS AROMATICOS POLICICLICOS EN MUESTRAS DE AGUAS CONTINENTALES.
L. Marina*, M. Almarcha**, Ll. Matia*
*Sociedad General de Aguas de Barcelona.
**Cromlab.

ANALISIS DE COMPUESTOS ORGANICOS EN AIRE: ESTUDIO COMPARATIVO DE LOS PROCEDIMIENTOS DE CALCULO DE LA EFICACIA DE DESORCION.
J.F. López Arbeloa, B. Uribe Ortega, M. Adrian Rojo y M.L. Trancho.
Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo. C.N.V.M. de Vizcaya.

ESTUDIO Y EVALUACION DE UN METODO ANALITICO PARA LA DETERMINACION DE UNA MEZCLA DE ALCOHOLES EN AIRE.
Begoña Uribe Ortega, José Fco. López Arbeloa, Montserrat Adrián Rojo y María Luisa Trancho Pérez.
I.N.S.H.T. - C.N.V.M. de Vizcaya.

ESTUDIO DEL CONTENIDO DE GLUCOSINOLATOS EN SEMILLAS DE COLZA, MEDIANTE CROMATOGRAFIA DE GASES.
Gobierno de Navarra, Departamento de Agricultura, Ganadería y Montes. Servicio de Agricultura y Ganadería.

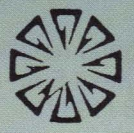
EXTRACCION Y ANALISIS DE PESTICIDAS, TRIAZINAS Y ORGANOFOSFORADOS EN AGUAS.
Rosa María Alonso Díez.
CID (CSIC) J. Girona, 18-26, 08034 Barcelona.

ASPECTOS DIDACTICOS SOBRE LAS APROXIMACIONES ESTADISTICAS EN EL TRATAMIENTO DE LAS SEPARACIONES CROMATOGRAFICAS.
J. Martínez Calatayud, S. Sagrado Vives y A. Sánchez Sampedro.
Departamento de Química Analítica. Facultad de Ciencias Químicas. Universidad de Valencia. Valencia.

SIMULACION DEL PROCESO CROMATOGRAFICO MEDIANTE MICROORDENADOR.
J. Sanz, F. Sánchez, F. López, M.I. Jiménez.
Instituto de Química Orgánica General (CSIC), Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid.

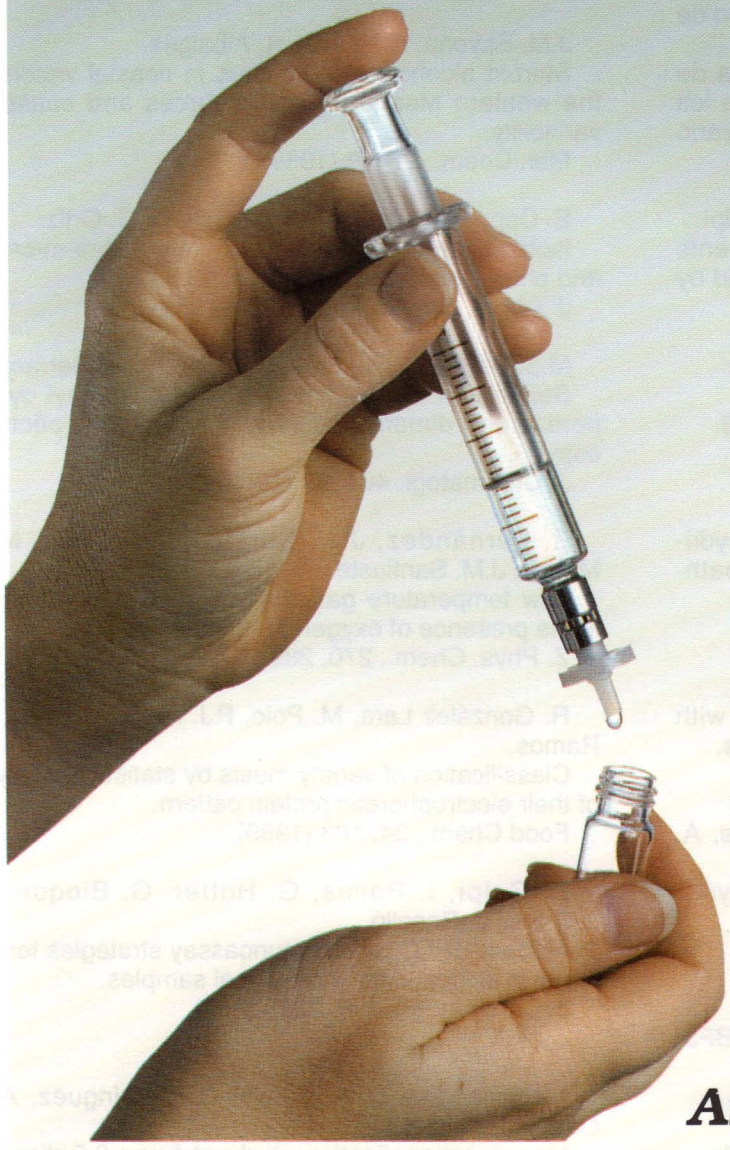
PREPARACION, EVALUACION Y APLICACIONES DE COLUMNAS CAPILARES DE FFAP MODIFICADO.
J. Sanz, I. Martínez Castro, I. Jiménez, E. Pérez Urria.
Instituto de Química Orgánica General (CSIC), Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.

RESOLUCION DE ENANTIOMEROS EN ZUMOS DE FRUTAS POR CROMATOGRAFIA DE GASES CON FASES QUIRALES.
G.P. Blanch, T. Herráiz, M. Herráiz y G. Reglero.
Instituto de Fermentaciones Industriales. CSIC. Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.



GelmanSciences

Membranas y microfiltros desechables



• ***Donde cada gota cuenta.***

• ***Donde la recogida de gérmenes o su eliminación es necesaria.***

• ***Donde la simple eliminación de partículas antes del análisis es preceptiva.***

Ahí está en todo el mundo

MADRID 28046
PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL. (91) 733 72 12 (6 LINEAS) TELEX: 23655. FAX: 314 19 04
BARCELONA 08026
AVDA. MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150-152. TELS. (93) 256 24 00 y 256 78 05. FAX: 256 48 88
SEVILLA 41009
C./ HONDEROS, 10, (PLAZA DE LOS NARANJOS). TEL. (954) 37 70 41. FAX: 38 96 12

ANALISIS DE TRAZAS POR INYECCION DIRECTA EN UN VAPORIZADOR CON TEMPERATURA PROGRAMADA (PTV).

J. Villén*, G. Reglero**, M. Herráiz** y J. Tabera**.
*Escuela Politécnica de Albacete. Universidad de Castilla-La Mancha. Ctra. de Peñas, Km. 3,1. 02006 Albacete.
**Instituto de Fermentaciones Industriales. CSIC, Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.

PRESTACIONES DE LAS COLUMNAS MICRORRELLENAS EN CROMATOGRAFIA DE FLUIDOS SUPERCRITICOS.

E. Ibáñez, G. Reglero, M. Herráiz.
Instituto de Fermentaciones Industriales. CSIC. Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.

INCORPORACION DE METODOS DE RESOLUCION DE SEÑALES EN SISTEMAS EXPERTOS. APLICACION A LAS TECNICAS VOLTAMPEROMETRICAS Y CROMATOGRAFICAS.

F. Xavier Rius y col.
Química Analítica. Departamento de Química. Universidad de Barcelona. Pl. Imperial Tárraco, 43005 Tarragona.

CARACTERIZACION SUPERFICIAL DE LA SEPIOLITA MEDIANTE CROMATOGRAFIA DE GASES INVERSA.

E. Morales, C.R. Herrero y J.L. Acosta.
Inst. Ciencia y Tecnología de Polímeros (C.S.I.C.). Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid.

DETERMINACION POR CG EN COLUMNA CAPILAR DE CONSERVADORES (ESTERES ME, ET, PRO, BU, ISO-BU DEL ACIDO P-HIDROXIBENZOICO Y FENOXIETANOL) EN COSMETICOS.

J. Garcés-Torrents, A. Gómez-Gomar, M. González-Aubert y J. Costa-Segarra.
Dpto. de Análisis, Laboratorios Cusi, S.A., El Masnou (Barcelona), España.

DETERMINACION CUANTITATIVA DE METABOLITOS URINARIOS EN RUMIANTES.

M.T. Díez, M.J. Arín, M.T. Alemany y J.A. Resines.

ESTUDIO DE LA METODOLOGIA PARA LA DETERMINACION DE HIDROCARBUROS AROMATICOS POLICICLICOS EN LA DEPOSICION HUMEDA ARMOSFERICA.

F.J. Méndez y M.T. Bomboi.
Instituto de Salud Carlos III, Centro Nacional de Sanidad Ambiental. Ctra.Majadahonda-Pozuelo, Km. 2. 28220 Madrid.

OPTIMIZACION DE LA FASE MOVIL EN HPLC MEDIANTE ORDENADOR.

Dr. Francesc Borrull.

ANALISIS DE ACEITES Y GRASAS POR HPLC.

Serrahima, E.; Centrich, F., y Morena M., de la.
Servicio de Química. Laboratorio Municipal de Barcelona, Wellington, 44; 08005 Barcelona.

HIGH PERFORMANCE CAPILLARY ELECTROPHORESIS.

Dr. Joseph Therani y Dr. Luis Ximénez, Centro de Entrenamiento Chemicontrol, Madrid.

COMPARACION DE DIFERENTES METODOS DE ELECTROFORESIS CAPILAR DE ALTO VOLTAJE (ECAV) EN LA SEPARACION DE PROTEINAS.

Alejandro Cifuentes, Mercedes de Frutos y José C. Díez-Masa*.
Instituto de Química Orgánica (C.S.I.C.). Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid (España).

COLUMNAS CAPILARES ABIERTAS PARA CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS EN FASE INVERSA.

A.L. Crego, J.C. Díez-Masa y M.V. Dabrio.
Instituto de Quimica Orgánica (CSIC). Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.

ANALISIS CROMATOGRAFICO DE CATEQUINAS Y DE PROANTOCIANIDINAS EN UVAS Y EN VINOS.

E. Revilla*, M. Bourzeix**, N. Heredia** y Emilia Alonso*.
*Departamento de Química Agrícola, Geología y Geoquímica. Universidad Autónoma de Madrid. 28049 Madrid.
**Station Expérimentale de Pech Rouge-Narbonne, INRA. B.P. 429, 11104 Narbonne Cedex. Francia.

ACOPLAMIENTO DE HPLC-HG-ICP APLICADO A LA DETERMINACION DE ESPECIES DE ARSENICO EN AGUAS.

G. Rauret, R. Rubio y A. Padró.
Departament de Química Analitica. Universitat de Barcerlona.

ANALISIS MEDIANTE CROMATOGRAFIA DE PARES IONICOS DE FENILGLIOXAL BIS (GUANIDILHIDRAZONA), FGBG, EN FLUIDOS BIOLOGICOS.

A. Negro*, D. Ordóñez**, A.E. Fernández, R. Balaña** y A. Ortiz**.
*Dpto. de Bioquímica y Biología Molecular. Universidad de León.
**Dpto. de Toxicología. Universidad de León. 24071 León.

ANALISIS DE ACIDOS ORGANICOS DE CADENA CORTA POR CROMATOGRAFIA DE EXCLUSION IONICA (HPICE). ESTUDIO DE DISTINTOS ELUYENTES.

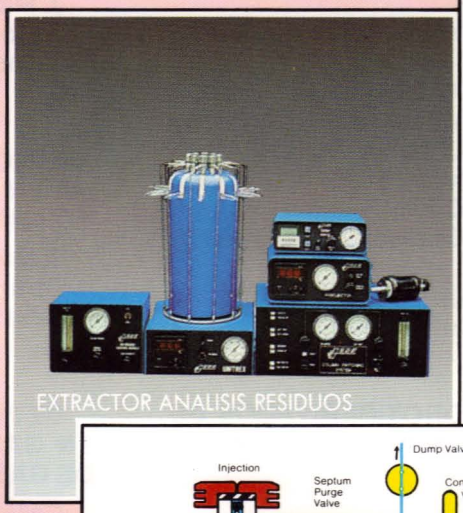
Comellas, L.; Torras, E.; Serrano, L., y Broto, F.
Secció Cromatografia. Dpt. Química Analítica. C.E.T.S. Institut Quimic de Sarriá. 08017 Barcelona (Centre Associat al C.S.I.C.).

ESTUDIO DE LA EVOLUCION DE NITRATOS EN SUELOS TRATADOS CON FANGOS DE DEPURADORA URBANA: DETERMINACION POLARGRAFICA Y POR CROMATOGRAFIA IONICA.

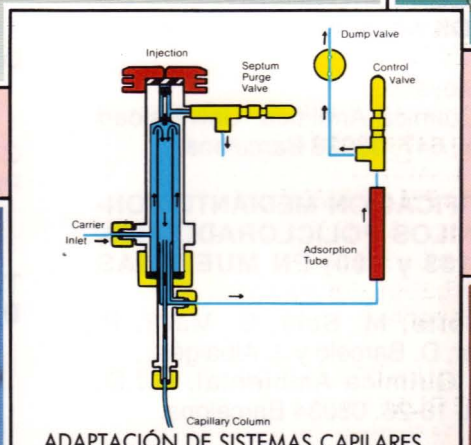
Lliberia, J.LL.*; Borrós, S.*; Comellas, LL.*
*Secció de Cromatografia C.E.T.S.
Codern, F.**, y Victori, Ll.**
**Secció d'electromètrics C.E.T.S. Institut Químic de Sarrià (Centre associat al C.S.I.C.).

CROMATOGRAFIA
ESPECTROSCOPIA

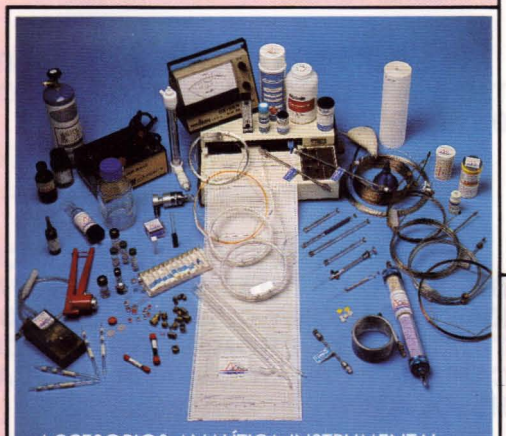
la ingeniería en analítica instrumental


EXTRACTOR ANALISIS RESIDUOS

ESPACIO DE CABEZA



ADAPTACIÓN DE SISTEMAS CAPILARES


ACCESORIOS ANALÍTICA INSTRUMENTAL

INYECTORES AUTOMATICOS

PIROLIZADORES

- Investigamos, desarrollamos, fabricamos y comercializamos.
- Consulta Científico-Técnica.
- Estudiamos y resolvemos problemas. Contrato llaves en mano.
- Consúltenos. Le interesa conocernos.

un nuevo concepto

KROMXPEK

ESPECIALISTAS EN CROMATOGRAFIA Y ESPECTROSCOPIA
CONSUMIBLES Y ACCESORIOS PARA ANALISIS Y CONTROL

KROMXPEK ANALITICA, S. A.

Ctra. Cerdanyola, 65-67 • 08190 Sant Cugat del Vallés
Barcelona (ESPAÑA) • Tel. (93) 675 02 44 • Fax (93) 675 05 16
Télex 59.199 • Apdo. 282.

Rosario Pino, 18 • 28020 Madrid • Tel. (91) 571 67 84 •
Fax (91) 571 67 85.

ESTUDIO DE LA FRACCION NITROGENADA PRESENTE EN FANGOS DE DEPURADORA URBANA Y SU EVOLUCION EN SUELOS TRATADOS CON LOS MISMOS: NITROGENO TOTAL. NITROGENO MINERAL Y ORGANICO.

Rodríguez-Larena, M.C.; Borrós, S., Comellas, Ll.; Broto, F. y Gassiot, M.
Secció de Cromatografia C.E.T.S. Institut Químic de Sarrià (Centre associat al C.S.I.C.)

ESTUDIO DE LOS HIDROCARBUROS PRESENTES EN LA FRACCION LIPIDICA DE FANGOS DE DEPURADORA URBANA. COMPARACION DE SISTEMAS DE FRACCIONAMIENTO.

Vaquero, M.T.; Borrós, S.; Comellas, LL.; Broto, F., y Gassiot, M.
Institut Quimic de Sarrià (Centre Associat al CSIC).

LA PIROLISIS CROMATOGRAFIA DE GASES CON DETECCION SELECTIVA DE LOS COMPUESTOS NITROGENADOS APLICADA AL ANALISIS DE SUELOS Y SUS EXTRACTOS: ESTUDIO DEL SISTEMA CROMATOGRAFICO.

Comellas, L.; Blasco, J.; Granada, E.; Broto, I. y Gassiot, M.
Sección de Cromatografía. Dpto. Química Analítica. C.E.T.S. Institut Químic de Sarrià. 08017 Barcelona.

DETERMINACION DE HIDROXIDERIVADOS DE LOS HIDROCARBUROS AROMATICOS POLICICLICOS POR HPLC-EC.

M.T. Galcerán y E. Moyano.
Departamento de Química Analítica. Universidad de Barcelona. Diagonal, 647, 08028 Barcelona.

ANALISIS Y CERTIFICACION MEDIANTE CONGENERES DE BIFENILOS POLICLORADOS (28, 52, 101, 118, 138, 153 y 180) EN MUESTRAS AMBIENTALES.

J. Sánchez, C. Porte, M. Solé, S. Martí, P. Fernández, M.D. Pastor, D. Barceló y J. Albaigés.
Departamento de Química Ambiental, C.I.D. (C.S.I.C.). Jordi Girona, 18-26. 08034 Barcelona.

ESTUDIO DE LA FUNCION LOG-NORMAL PARA LA CARACTERIZACION DE PICOS CROMATOGRAFICOS.

Joaquim Olivé y Joan Grimalt.
Departamento de Química Ambiental (CID-CSIC), Jordi Girona, 18. 08034 Barcelona.

CARACTERIZACION DE LOS APORTES DE MATERIA ORGANICA AL MEDIO ACUATICO MEDIANTE EL ESTUDIO DE LAS FRACCIONES VOLATIL, DISUELTA Y PARTICULADA Y APLICACION DE TECNICAS MULTIVARIANTE.

J.I. Gómez Belinchón y J.O. Grimalt.
Departament de Química Ambiental CID-CSIC. Jordi Girona, 18. 08034 Barcelona.

EXTRACCION Y ANALISIS DE PESTICIDAS TRIAZINAS Y ORGANOFOSFORADOS EN AGUAS.

Gaël Durand, Rosi Alonso, Damiá Barceló.
Departamento de Química Ambiental, CID (CSIC). Jordi Girona, 18-26, 08034 Barcelona.

CONTROL ANALITICO EN LA PREPARACION DE SIDRAS POR DOS METODOS TECNOLOGICOS DIFERENTES.

J.J. Mangas, E. Dapena y J. Moreno.
Centro de Experimentación Agraria de Villaviciosa. Consejería de Agricultura y Pesca del Principado de Asturias. Villaviciosa.
M.J. Morán, M.D. Gutiérrez y D. Blanco.
Departamento de Química Física y Analítica. Universidad de Oviedo.

DETERMINACION CUANTITATIVA DE PENEMS (FCE 22101 Y SCH 29482) EN SUERO Y ORINA MEDIANTE HPLC DE PAR IONICO.

J. Martín-Villacorta y R. Méndez.
Dpto. de Bioquímica y Biología Molecular. Facultades de Biología y Veterinaria. Universidad de León.

EFECTO DE LA TEMPERATURA DE LA COLUMNA EN LA SEPARACION DE CEFALOSPORINAS POR HPLC EN FASE REVERSA.

J. Martín-Villacorta, R. Méndez y A. Negro.
Dpto. de Bioquímica y Biología Molecular, Facultades de Biología y Veterinaria. Universidad de León.

DETERMINACION DEL NUMERO DE OCTANOS EN GASOLINAS MEDIANTE CROMATOGRAFIIA DE GASES Y PLS.

Callao, M.P. y Larrechi, M.S.
Departament de Química, Facultat de Ciències Químiques de Tarragona, Universitat de Barcelona. Pl. Imperial Tàrraco, 1, 43005 Tarragona.

ANALISIS DE CONSERVANTES Y ANTIOXIDANTES A NIVEL DE PPM EN MEZCLAS COMPLEJAS DE PRODUCTOS NATURALES.

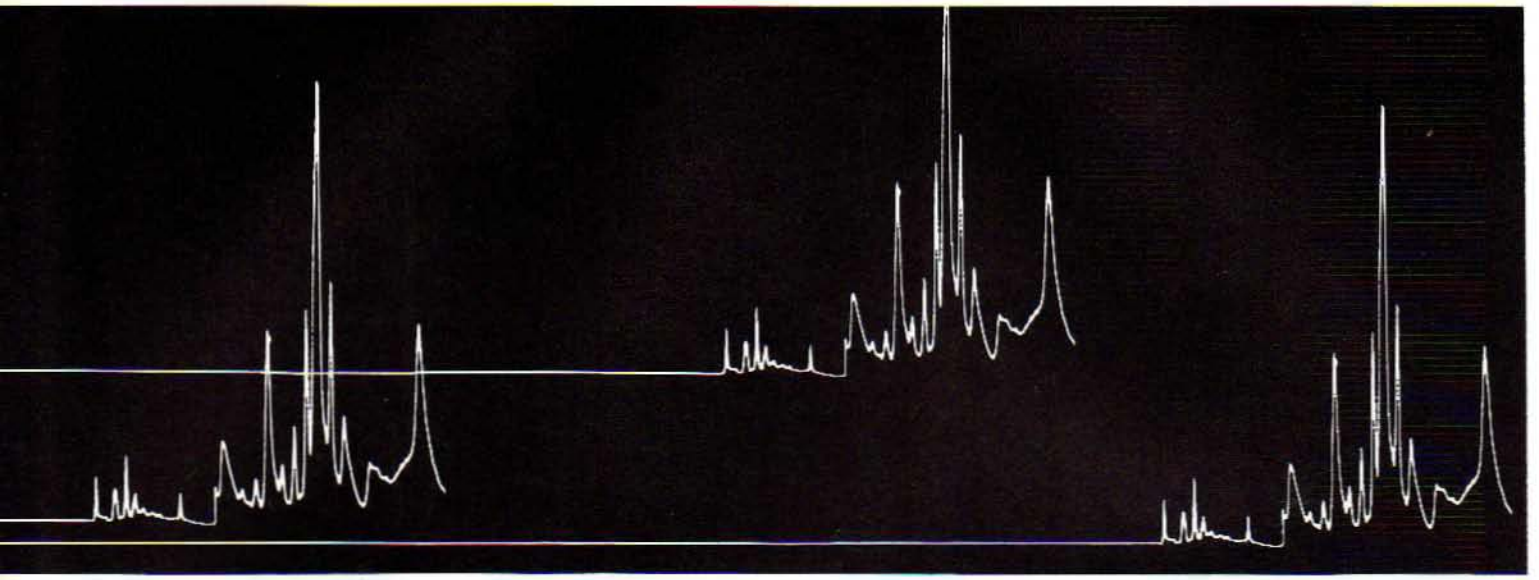
Carlos Ibáñez, Carlos Roquet y Cristina Cullell.
Departamento Investigación Analítica. Lucta, S.A.

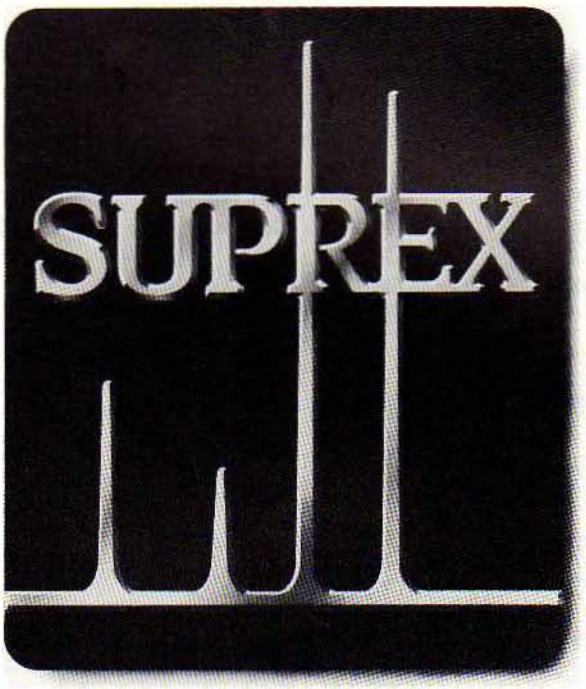
ESTUDIO DE LAS CONDICIONES CROMATOGRAFICAS OPTIMAS PARA LA SEPARACION, IDENTIFICACION Y CUANTIFICACION DE 20 PESTICIDAS POR CROMATOGRAFIA DE GASES CAPILAR Y CROMATOGRAFIA LIQUIDA DE ALTA RESOLUCION.

F. Hernández Hernández, J. Beltrán Arandes y J.V. Sancho Llopis.
Laboratorio de Medio Ambiente, Colegio Universitario de Castellón.
I. Morell Evangelista.
Unidad de Hidrogeología, Colegio Universitario de Castellón.

ESTUDIO TERMODINAMICO COMPARATIVO DE COLUMNAS CROMATOGRAFICAS DE SUPEROX 20M RELLENAS Y CAPILARES.

Mª D. Salvador Moya.
Euita. Universidad Castilla-La Mancha (Ciudad Real).





- CROMATOGRAFIA DE FLUIDOS SUPERCRITICOS
- EXTRACCION CON FLUIDOS SUPERCRITICOS PARA PREPARACION DE MUESTRAS

EXPERTOS EN TECNOLOGIA DE FLUIDOS SUPERCRITICOS

IZASA

IZASA, S.A.
C/. Aragoneses, 13
Pol. Ind. Alcobendas
28100 MADRID

C/. Calabria, 174
08015 BARCELONA

DELEGACION CATALUÑA: 425 01 00. **BILBAO:** 476 13 50. **GIJON:** 35 67 46.
GRANADA: 28 07 50. **LAS PALMAS:** 28 21 48. **MADRID:** 653 71 99.
MALAGA: 39 28 87. **MURCIA:** 29 87 11. **PALMA DE MALLORCA:** 28 91 71.
SANTANDER: 25 30 16. **SANTIAGO DE COMPOSTELA:** 58 28 00.
SALAMANCA: 24 09 70. **SEVILLA:** 436 41 66. **TENERIFE:** 61 60 51.
VALENCIA: 347 66 25. **VALLADOLID:** 23 59 27. **ZARAGOZA:** 56 04 46.

NUEVOS SOCIOS DEL GCTA

En la lista publicada en el número anterior, se deslizó un error, que rectificamos en este número. Habíamos llamado "D. Mario" a Dña. María Xirau Vayreda, a quien pedimos disculpas por este involuntario fallo. Publicamos a continuación su dirección completa, encabezando la lista de socios de 1990.

Dña. María Xirau Vayreda
Departament de Química Analítica
Facultat de Farmacia
Universitat de Barcelona
Avda. Diagonal s/n
08028 BARCELONA

D. José Antonio Resines Gordaliza
Departament de Física, Química y Expresión Gráfica
Universidad de León
Campus Veganzana
LEON

Dña. Ester Mahíllo Ramos
Cátedra de Fisiología Vegetal
Facultad de Biología
Universidad Complutense
28040 MADRID

Dña. Mª Carmen Cambon Cabezas
Cátedra de Fisiología Vegetal
Facultad de Biología
Universidad Complutense
28040 MADRID

D. Jaume Morales i Sediles
Maragall, 47, 7, 1ª
08026 BARCELONA

Dña. Mª Carmen Bonet Cervantes
C.I.C.C.
Avda. Cantabria s/n
28042 MADRID

Dña. Modesta González Martín
C.I.C.C.
Avda. Cantabria s/n
28042 MADRID

D. José Luis Tadeo Lluch
C.I.T.-I.N.I.A.
Dpto. de Producción Vegetal
Ctra. de La Coruña, km. 7,5
28040 MADRID

D. Josep Oriol Colomer Guillamón
Castilla, 30, 5-2
08018 BARCELONA

Mª del Mar Grandal Delgado
Osborne y Cía., S.A.
Esteban Caballero, 3
El Puerto de Santa María
11500 CADIZ

Lorenzo Monforte Monleón
Aguas de Valencia, S.A.
Gran Vía Marqués del Turia, 19
46005 VALENCIA

Nuria Santiago Ventura
Laboratorio Maymo, S.A.
Ctra. N-II, Km. 592,5
Polígon Industrial Can Pelegrí
Castellbilsbal
08755 BARCELONA

Marta Rodríguez Franco
Cátedra de Fisiología Vegetal
Facultad de Biología
Universidad Complutense
28040 MADRID

José Luis Mateos Sanz
Cátedra de Fisiología Vegetal
Facultad de Biología
Universidad Complutense
28040 MADRID

Mercedes Martín Pedrosa
Cátedra de Fisiología Vegetal
Facultad de Biología
Universidad Complutense
28040 MADRID

Rosa Ventura Alemany
Departament de Farmacología
Institut Municipal d'Investigació Médica
Paseig Maritim, 25
08003 BARCELONA

Mª Isabel Martínez Arufe
Cátedra de Medicina Legal y Toxicología
Facultad de Medicina
Plaza Fragelo s/n
11003 CADIZ

Alfredo Montaño Asquerino
Instituto de la Grasa y sus Derivados (CSIC)
Pedro García Tejero, 4
41012 SEVILLA

Alicia Roca Bertrán
Institut Quimic de Sarriá
c/Institut Quimic de Sarriá
08017 BARCELONA

D. José Masero Moreno
Mediodía, 4
Valle de Escombreras
CARTAGENA

D. Carlos Romero Carcasona
Mercadona, S.A.
Valencia, 5 - Tavernes Blanques
46016 VALENCIA

Dña. Mª Ester Hoyas Ramos
Instituto de Química Orgánica (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

D. Francisco Soler Rodríguez
Dpto. de Farmacología y Toxicología
Facultad de Veterinaria
Ctra. a Trujillo s/n
10071 CACERES

D. Javier Pérez-Ilzarbe Serrano
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 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.

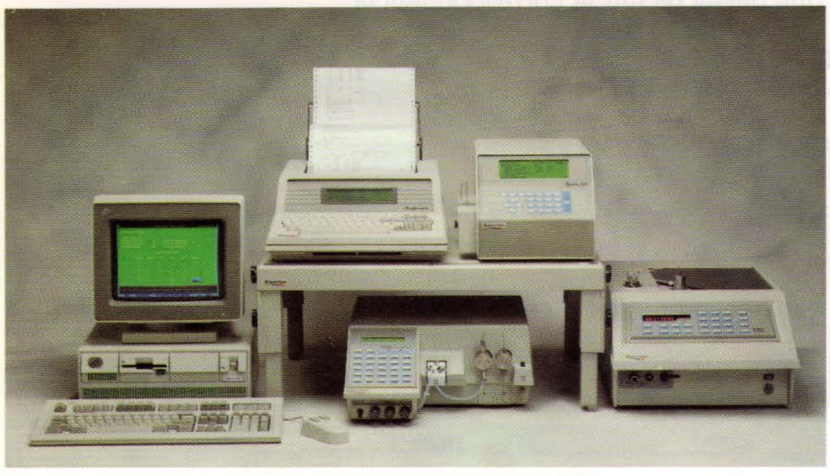
Atentamente le saluda,

Firma

lasing, s.a.

DIVISION ANALITICA

Spectra-Physics
Discover the Quality

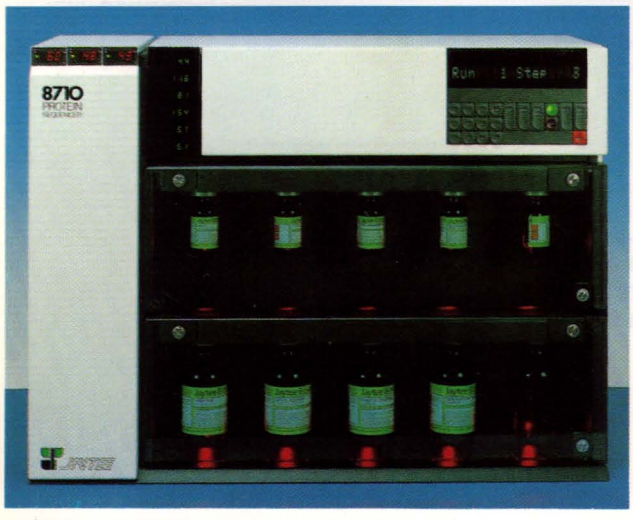


- Cromatografía de líquidos (HPLC)
- Sistemas tratamiento de datos
- Integradores
- Columnas cromatográficas BROWNLEE

oros instruments

- Purificadores de proteínas
- Detectores ONLINE para tamaño molecular

JNTEE



- Secuenciadores de proteínas
- Colectores de fracciones

Molecular Dynamics

- Densitómetros láser computerizados
- Densitometría directa
- Autoforesis

lasing, s.a.

Marqués de Pico Velasco, 64
Tels. 268 36 43/08 79 - Fax: 407 06 24
28027 MADRID

SERVILAB
Antonio Ricardos, 12-14
Tel. 352 69 33 - Fax: 352 23 08
08027 BARCELONA

AMYMSA
Doña Juana de Castilla, 40
Tel. 58 01 99
41005 SEVILLA

EL INTEGRADOR QUE ESTABA ESPERANDO...

Impresión permanente por inyección de tinta en papel plegado.

Trazado de línea de base automáticamente.

Display digital 4 × 40 líneas con toda la información necesaria en tiempo real.

Teclado ordenador. (PC)

Reprocesado y redibujado de cromatogramas. (128 K)

Batería interna para protección de programas.

5 años de garantía

...YA ESTA AQUI

OPCIONES

— Ampliación de memoria a 512 K.
— Ampliación a segundo canal.
— Basic.

Spectra-Physics

lasing, s.a.

Marqués de Pico Velasco, 64
Tels. 268 36 43/08 79 - Fax: 407 06 24
28027 MADRID

SERVILAB
Antonio Ricardos, 12-14
Tel. 352 69 33 - Fax: 352 23 08
08027 BARCELONA

AMYMSA
Doña Juana de Castilla, 40
Tel. 58 01 99
41005 SEVILLA

V JORNADAS DE ANALISIS INSTRUMENTAL "JAI"

XII REUNION NACIONAL DE ESPECTROSCOPIA

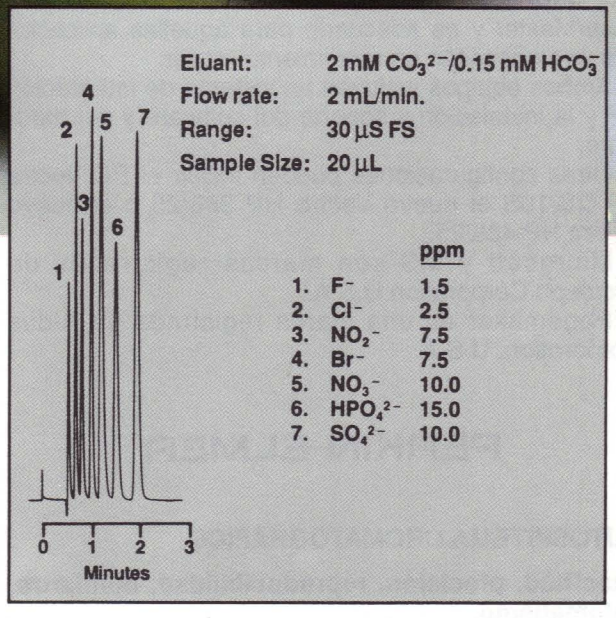
XIX REUNION ANUAL DEL GRUPO DE CROMATOGRAFIA Y TECNICAS AFINES "GCTA"

Barcelona,
7-9 de Noviembre
de 1990

Expoquimia'90

CROMATOGRAFIA IONICA

DIONEX



DIONEX

LA COMPARACION NO ES POSIBLE

- Análisis de aniones y cationes.
- Análisis de carbohidratos.
- Análisis de aminoácidos.

Hucoa-Erlöss

MADRID 28046
PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL. (91) 733 72 12 (6 LINEAS) TELEX: 23655. FAX: 314 19 04
BARCELONA 08026
AVDA. MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150-152. TELS. (93) 256 24 00 y 256 78 05. FAX: 256 48 88
SEVILLA 41009
C./ HONDEROS, 10, (PLAZA DE LOS NARANJOS). TEL. (954) 37 70 41. FAX: 38 96 12

REUNION ANUAL DE LA SOCIEDAD DE ESPECTROMETRIA DE MASAS DEL JAPON

La reunión de este año se celebró en Osaka durante los días 15-17 de mayo y asistió como invitado el profesor Emilio Gelpí, quien pronunció una conferencia con el título: "Mass Spectrometric Approaches to the study of Lipid Metabolism: Eicosanoids in Biological Samples".

Asimismo durante su estancia en Japón y por invitación de la empresa Hitachi pronunció una conferencia en la fábrica de Mito en donde Hitachi fabrica todo tipo de instrumental analítico desde espectrofotómetros a espectrómetros de masas.

2ND INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON APPLIED MASS SPECTROMETRY IN THE HEALTH SCIENCES

Este resumen ha sido preparado por los doctores M.V. Doig y D.J. Harvey, del Reino Unido, para su publicación el próximo mes de setiembre en la revista "Trends in Analytical Chemistry". Con la debida autorización, el boletín del GCTA recoge la versión castellana por el interés que puede tener esta información para los miembros del grupo.

Del 17 al 20 de abril se celebró en Barcelona la segunda edición de este simposio en el que participaron más de 300 especialistas de 21 países. Dicho certamen se realizó bajo los auspicios del GCTA y del FIS y una vez más alcanzó un notable éxito con un total de 220 trabajos presentados y una nutrida asistencia de las casas comerciales a la exposición técnica que tuvo lugar conjuntamente. La reunión fue organizada por el profesor Emilio Gelpí de forma similar a la del primer simposio en 1987 con un formato algo inusual pero muy interesante. Las sesiones de la mañana se dedicaron a presentaciones orales por conferenciantes invitados y ponentes seleccionados mientras que el resto del tiempo se dedicó a presentaciones en forma de póster y a sesiones de discusión estructuradas sobre la temática de los pósters. El énfasis en la presentación de pósters fue tal que incluso a los conferenciantes invitados se les había pedido que aportasen un póster de su conferencia.

El profesor H.R. Morris (GB) comentó en una de las sesiones de discusión que: "La década de los años 90 augura un importante avance en la aplicación de la espectrometría de masas a los problemas más difíciles de investigación en la determinación de la estructura de proteínas y glicoproteínas". Dicha observación captura la esencia del simposio y acentúa el gran interés entre los especialistas en espectrometría de masas respecto a la introducción de varias técnicas nuevas para conseguir la ionización de biomoléculas de gran tamaño. Entre estas técnicas, posiblemente las más avanzadas sean las de ionización por electropulverización (electrospray) y la pulverización de iones (electropulverización asistida neumáticamente). Ambas técnicas producen en abundancia una serie de iones de carga múltiple detectables con un espectrómetro de tipo cuadrupolar, incluso para los compuestos con pesos moleculares superiores a 100 K daltons. A.P. Bruins (Holanda) presentó una clara descripción de la tecnología implicada en la formación de iones y otros ponentes, incluyendo R.D. Smith (USA) y S.A. Carr (USA), describieron varias aplicaciones, principalmente a péptidos en el rango de masas de 10 a 100 K Dalton. El doctor Smith incluso demostró como compuestos de peso superior a los 1.06 millones de Daltons produ-cían una señal en el espectrometro de masas. Para el análisis de mezclas en donde se precise una mayor resolución se requiere la extensión del método a instrumentos de sector magnético lo cual ha resultado más difícil debido a los problemas inherentes a la interfase entre la fuente de iones a presión atmosférica y la zona de alto voltaje del instrumento magnético.

No obstante, J.R. Chapman (GB) presentó datos indicativos de que el problema puede tener solución. Las técnicas de ionización por electropulverización parecen bien adaptadas al estudio de la estructura de proteínas, tanto para determinar el peso molecular como para establecer la secuencia de aminoácidos en compuestos procedentes de procesos de digestión tríptica en experimentos de tipo MS/MS, ya que los iones de carga doble, mayoritariamente producidos por los péptidos trípticos, se fragmentan bien en una célula de colisión.

La presentación magistral del profesor R.G. Cooks (USA) además de introducir la electropulverización en cuadropolos para trabajos a masas altas también reflejó el énfasis en este tipo de tecnología, describiendo un método para extender el rango de masas de un instrumento tipo trampa de iones a límites superiores a los 10 K daltons. De este modo los espectros de MS/MS de 200 femtomoles de alfa-endorfina y met-encefalina, obtenidos con la trampa de iones exhibieron resoluciones de hasta 3.000.

La desorción por láser resultó ser otra de las técnicas para el estudio de masas altas que causó interés. Este método produce principalmente iones de carga única que resultan ideales para su estudio en un espectrometro de tiempo de vuelo. Varios autores, principalmente M. Karas (FRG), B.T. Chait (USA) and R.J. Cotter (USA) describieron el uso de matrices con absorbancia en el UV, incluyendo los derivados del ácido benzoico, para el examen de moléculas como glicoproteínas de peso molecular de 300 K Dalton y una exactitud de medida de masa del 0.01%. Otro aspecto de la espectrometría de masas asistida por láser implica un proceso en dos etapas con un láser IR para desorber las moléculas neutras seguido de una fase de ionización multifotónica mediante un segundo láser UV, tal como describió J. Grotemeyer (FRG).

Las técnicas más establecidas de LC/MS y GC/MS estuvieron representadas en este simposio con muchos ejemplos. Así se resaltó que la GC/MS con derivatización de la muestra todavía tiene un papel importante a desempeñar a pesar de la introducción

SI ESTA UD. PENSANDO EN CROMATOGRAFIA DE GASES...

de los nuevos métodos. En este sentido, P.A. Leclerq (Holanda) describió un importante desarrollo en GC/MS con el uso de columnas de 10-50 uM para obtener una rápida separación de componentes. Este tipo de aplicación se apoya en la utilización de un espectrometro de alta resolución especialmente construido para obtener espectros completos a una velocidad de 10 espectros/seg. y equipado con un detector de 3.000 placas de microcanales. También se presentaron muchos ejemplos de la técnica ya bien desarrollada de ionización por FAB, aunque se planteó una discusión sobre el porqué el sistema de FAB en flujo continuo, considerado como un importante avance, cuenta con un escaso número de aplicaciones. Una de las razones parece radicar en la dificultad de obtener buena reproducibilidad, aunque esto, según comentó R.M. Caprioli (USA) parece ser sólo un problema de los primeros equipos comerciales. El doctor Caprioli también presentó sus elegantes investigaciones con el sistema FAB continuo conectado a una sonda de microdiálisis para monitorizar directamente reacciones enzimáticas y medir las concentraciones de fármacos en la sangre de animales vivos.

Por razones de espacio no resulta posible reseñar aquí la mayoría de los excelentes trabajos presentados los cuales cubrieron la mayoría de los campos de aplicación de la espectrometría de masas en ciencias de la salud, incluyendo los estudios cualitativos y cuantitativos sobre fármacos y su metabolismo, el análisis de biomoléculas como los ácidos biliares, los esteroides, hidratos de carbono, péptidos, nucleótidos y ácidos grasos; el análisis de contaminantes ambientales así como las aplicaciones en alimentos, microbiología y toxicología.

Todos estos trabajos quedarán recogidos en dos volúmenes especiales del Journal of Chromatography, Biomedical Applications y Analytica Chimica Acta editados por los doctores E. Gelpí, A.I. Mallet y V.J. Richter.

PYROLYSIS'90

Del 11 al 15 de junio de 1990 tuvo lugar en Noordwijkerhout (Países Bajos) "The 9th International Conference on Fundamental Aspects, Analytical Techniques, Processes and Applications of Pyrolysis", congreso conocido genéricamente bajo el nombre de Pyrolysis'90.

Acudieron 131 participantes de todo el mundo distribuidos geográficamente según:

- Europa-CEE: 93 (incluyendo los 37 participantes del país organizador y los siete de la Península Ibérica).
- EE.UU. + Canadá: 20.
- Europa-No CEE: 12.
- Japón: 3.
- Australia: 2.
- Israel: 1.

Se trata de un congreso que abarca un campo muy específico del saber científico, dentro del cual se pueden distinguir dos tendencias predominantes.

La primera, o pirólisis analítica, se centra en el estudio y caracterización de los fragmentos producidos en la pirólisis de macromoléculas, y en cómo los perfiles obtenidos pueden proporcionar información sobre la muestra original. Para la identificación y/o separación de los productos de pirólisis se usan técnicas tales como la espectrometría de masas, la cromatografía de gases, la espectroscopia FTIR e incluso la cromatografía de fluido supercrítico, así como combinaciones de ellas. Quizás sea la rama de pirólisis de mayor interés para los miembros del grupo.

La segunda consiste en el estudio de los mecanismos y cinética de los procesos químicos a altas temperaturas. Se aplica mayoritariamente en el ámbito de las macromoléculas, bien naturales o artificiales, especialmente en el campo del carbón y materiales relacionados.

La eficiente organización del certamen dividió por temas las 53 comunicaciones orales y los 35 pósters presentados:

Comunicaciones orales

- Ceremonia inaugural (1).
- Mecanismos y escala de tiempo (9).
- Biomacromoléculas (13).
- Polímeros (10).
- Técnicas (7).
- Proceso de datos (2).
- Arqueología (2).
- Pirólisis y medio ambiente (6).
- Geomacromoléculas (3).

Posters

- Bio(macro)moléculas (13).
- Manufacturas (3).
- Nuevas técnicas (8).
- Polímeros (7).
- Geomacromoléculas (4).

Las comunicaciones presentadas cubren una gran variedad de muestras, equipos, mecanismos, tratamientos estadísticos y otros aspectos de la fragmentación a alta temperatura, bajo una gran diversidad de puntos de vista (agricultura, impacto sobre el medio ambiente de los productos generados en incineradores de basura, optimización de procesos de obtención de hidrocarburos ligeros a partir de carbón, evaluación de sedimentos potencialmente petrolíferos, vías de degradación de polímeros de síntesis, diferenciación de material celular cancerígeno y un largo etcétera).

A título de anécdota se puede comentar que en una de las conferencias se trató de la distinción de falsificaciones entre vasijas de oro del antiguo Egipto por pirólisis acoplada a cromatografía de gases, o aquella otra conferencia en la que se intentaban identificar los residuos de alimentos cocinados por hombres prehistóricos.

Dentro del campo de la pirólisis analítica (utilizada en un 72% de los trabajos presentados) se han empleado las siguientes técnicas:

- Py-GC-FID:	18
- Py-GC-FPD:	2
- Py-GC-NPD:	1
- Py-GC-AED:	1
- Py-GC-MS:	26
- Py-GC-NMR:	1
- Py-GC-FTIR:	1
- Py-SFC:	2
- Py-MS:	17
- Py-MS-MS:	3

EN CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS...

- Py-FTIR: 2
- FTIR: 5
- (^{1}H, ^{13}C)NMR: 2

El número que aparece en la columna de la derecha hace referencia al número de veces que aparece ésta en las distintas comunicaciones, tanto orales como posters. Téngase en cuenta que un trabajo puede usar más de una técnica.

Es de especial interés mencionar el creciente uso de la técnica Py-MS-MS como habitual de trabajo en ciertos laboratorios, dada su rapidez de aplicación sin perder capacidad separativa (la primera ionización suele ser poco fragmentativa como la ionización química, por ejemplo) e identificativa. También destaca la aparición por vez primera en la bibliografía del acoplamiento pirólisis-extracción supercrítica-cromatografía supercrítica. Otros trabajos se han llevado a cabo mediante pirólisis "off line" y estudio posterior de los productos formados mediante diversas técnicas.

Además de las conferencias y sesiones de pósters, tuvo lugar también una sesión plenaria donde se discutieron temas tales como los desafíos actuales de la pirólisis, los avances o puntos que han quedado estancados en el campo de los últimos catorce años y los primeros pasos a dar para el alumbramiento de una nueva sociedad internacional que aglutinara a los científicos que habitualmente trabajan en temas relacionados con lapirólisis.

Como ecos de sociedad cabe destacar un baño colectivo de los congresistas en la piscina dentro de la llamada "swimming party", una suculenta y abundantísima cena tipo "buffet libre" ofrecida por la compañía americana Chemical Data Systems, la visita a la exhibición conmemorativa del centenario de la muerte de Vincent Van Gogh y una cena típica indonesia en un restaurante de Amsterdam. Las relaciones humanas desarrolladas en este tipo de actos complementaron los contactos a nivel científico que tuvieron lugar en el congreso.

Gran parte de las comunicaciones presentadas al congreso saldrán publicadas en un número especial de la revista "Journal of Analytical and Applied Pyrolysis". Para obtener una información más concreta puede dirigirse a:

L. Comellas o E. Granada, Dpto. Química Analítica, Institut Químic de Sarrià, 08017 Barcelona.

Si les ha seducido el programa no pierdan la ocasión de inscribirse en Pyrolysis'92 que se celebrará posiblemente en Hamburgo (Alemania).

ERASMUS SHORT COURSE ON THE THEORY AND PRACTICE OF MASS SPECTROMETRY

Entre el 26 de marzo y el 6 de abril pasados se impartió en el Dpto. de Química de la Universidad de Warwick (UK) el curso "The Theory and Practice of Mass Spectrometry". El curso, enmarcado dentro de las actividades del programa Erasmus, fue organizado por el Instituto de Espectrometría de Masas de Warwick bajo la dirección del profesor K.R. Jennings. En las sesiones de conferencias y tutorías colaboraron científicos procedentes de otros tres institutos europeos de espectrometría de masas con sedes en la Universidad de Amsterdam, la Facultad de Ciencias de Lisboa y el University College de Swansea.

Un total de 20 participantes procedentes de centros de investigación en España, Grecia, Irlanda, Italia y Portugal, tuvimos la oportunidad de asistir a este curso dirigido, por lo que se desprende de la selección de países comunitarios, al Tercer Mundo de la espectrometría de masas.

Durante el curso se impartieron más de 40 clases teóricas, tutorías y demostraciones prácticas en las que intervinieron los profesores K.R. Jennings, P.J. Derrick (Warwick), D.E. Games (Swansea), N.M.M. Nibbering (Amsterdam) y M.A. Almoster Ferreira (Lisboa) junto con otros investigadores de los equipos de las universidades de Warwick y Amsterdam.

Las sesiones abarcaron un amplio rango de temas en torno a la espectrometría de masas: tecnología, interpretación de espectros, métodos de ionización, fragmentación de iones, reacciones ionmolécula y métodos combinados de CG-EM y CL-EM. En las sesiones prácticas tuvimos la oportunidad de ver en funcionamiento, entre otros sistemas, el Concept II HH de Kratos. Este aparato, con una geometría EBEB y cámara de colisión intermedia provista de dos detectores adicionales a la entrada y salida de ésta constituye uno de los sistemas de EM de alta resolución de más altas prestaciones existentes actualmente en el mercado.

Entre los temas que suscitaron más interés caben destacar los relacionados con las aplicaciones analíticas de los sistemas combinados para CL-EM y el desarrollo de sistemas para el análisis de compuestos de masas alta con alta resolución. En este sentido, el profesor D.E. Games hizo un repaso de las características de diversas técnicas de combinación de la CL convencional y de cromatografía supercrítica con la EM (DLI, thermospray, electrospray, particle beam, continuous flow FAB...), así como de aplicaciones específicas en el campo del análisis de fármacos, compuestos biológicos y análisis ambiental. Especial atención merece la electroforesis capilar (CZE). Esta técnica electroforética caracterizada por su alta eficacia (en el orden de trescientos mil platos teóricos) se ha combinado con éxito con sistemas de electrospray y FAB y está especialmente indicada para el análisis de péptidos y proteínas en medios biológicos.

La aplicación de los métodos de desorción por láser (LD) junto con analizadores de tiempo de vuelo (TOF) para el análisis de compuestos no volátiles de masa alta fue discutida por el profesor Derrick. En su opinión, estos métodos van a tener un papel importante en un futuro próximo pudiendo competir de forma ventajosa con las diversas técnicas de FAB y extendiendo su potencia analítica con la aparición de sistemas TOF/TOF.

El profesor Nibbering destacó la utilidad de los sistemas basados en la resonancia ciclotrónica de iones (FT-ICR). La FT-ICR permite realizar análisis por EM/EM en un conjunto de fuente, analizador y detector de un tamaño tan reducido que prácticamente cabe entre las manos y con resoluciones superiores a 10EB (capaz de distinguir entre 35Cl+ y 35Cl- cuya masa difiere únicamente en dos electrones). Algunos de los problemas iniciales de este sistema relacionados con el alto vacío necesario para el análisis de los iones han sido solucionados mediante la utilización

EN
ESPECTROMETRIA
DE
MASAS...

de células dobles y actualmente es posible la combinación con la CG e incluso de la CL con la FT-ICR. La filosofía del atrapamiento de iones en células con doble función de fuente y analizador ha sido utilizada en el desarrollo de los sistemas de Ion Trap comercializados por Finnigan-Mat.

La impresión general que obtuvimos los participantes del curso es que la EM goza en estos momentos de una excelente salud y de un importante potencial de desarrollo. Los campos de aplicación y el rango de moléculas susceptibles de ser analizados por EM aumenta de día en día y estos sistemas se han hecho imprescindibles en los laboratorios de control de calidad, análisis ambiental y biomédico. Esta situación contrasta fuertemente con la que se observa en nuestro país donde además de una mínima flota de sistemas analíticos de este tipo, los cursos de formación y especialización de profesionales en el campo son prácticamente inexistentes. Mis compañeros y yo andamos todo el curso con los ojos como platos en especial cuando el profesor Games "confesaba", en su estilo habitual, que en su departamento disponían únicamente de 16 espectrómetros de masas.

J. Abián
(Departamento de Neuroquímica. CID. CSIC)

Cursos

SEMINARIO SOBRE "LA PREVENCION DE ACCIDENTES MAYORES EN LA INDUSTRIA

Tendrá lugar en el Instituto de Estudios de la Energía (CIEMAT) del 11 al 13 de setiembre de 1990.

La inscripción es gratuita y se dispondrá de 160 plazas. Para más información, dirigirse a:

Instituto de Estudios de la Energía (CIEMAT), Avda. Complutense, 22, 28040 Madrid, tel. 91-346 64 07, fax 91-346 60 05.

EUROTRAINING COURSE IN ADVANCED HPLC

Tendrá lugar en Montpellier, del 8 al 12 de octubre de 1990. Está destinado a usuarios de HPLC, especialmente a cuadros técnicos y superiores de las industrias farmecéuticas, químicas, cosméticas y agroalimentarias.

Objetivos

Propagar información reciente en HPLC a pequeñas y medianas empresas miembros de la Comunidad Europea.

Programa

Incluirá conferencias, discusiones y demostraciones sobre:

- avances en columnas y fases estacionarias.
- separación de enantiómeros.
- tendencias en técnicas de detección.
- detección con hilera de diodoa.
- técnicas de preparación de derivados.
- extracción de muestras en fase sólida.
- desarrollo de métodos y optimización.
- sistemas expertos.
- validación de métodos y equipos.
- comparación de SFC y HPLC.

Idioma

Existirá traducción simultánea inglés/francés.

Profesores

J.C. Díez Masa (CSIC, Madrid), H. Fabre (Univ. Montpellier), W. Th. Kok (Univ. Amsterdam), N.H. Nilsson (Jutland Technological Institute, Aarhus) J. Power (Regional Technical College, Waterford) P. Schoenmakers (Philips, Eindhoven) D. Taylor (Umits, Manchester) y L. Vilas-Boas (Univ. Lisboa).

Información complementaria

Puede solicitarse a:

Prof. H. Fabre, Laboratoire de Chimie Analytique, Faculté de Pharmacie, 34060 Montpellier Cedex 01 (Francia), fax 67 61 16 22.

* * *

15th INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON COLUMN LIQUID CHROMATOGRAPHY HPLC 91

Tendrá lugar en Basilea (Suiza) del 3 al 7 de junio de 1991, patrocinado por la Swiss Association of Chemists y la mayor parte de los grupos europeos y americanos de cromatografía, entre ellos el GCTA.

Hasta ahora se ha repartido la primera circular de este congreso, que puede considerarse como el más importante, a nivel mundial, en LC. En números sucesivos del boletín ampliaremos la información. Para recibir la segunda circular se puede escribir a: Secretariat Center Basel, Congress Department, P.O. Box, CH-4021 Basel, Suiza.

* * *

CURSOS DE "THE CENTER FOR PROFESIONAL ADVANCEMENT".

(Palestrinaat 1, 1071 LC Amsterdam, The Netherlands. Tel. 020/6623050). Fax 020/797501. Télex 10662 (cfpa n1).

3-6 de setiembre (Amsterdam).

Thermoanalytical methods. Principles, techniques, applications.

10-12 de setiembre (Amsterdam).

Near infrared spectroscopy. Principles, instrumentation, applications.

15-18 de octubre (Amsterdam).

Laboratory information management systems (LIMS). Computerization, bar codes.

8-11 de octubre (Amsterdam).

Quality assurance for the analytical laboratory.

29-31 de octubre (Amsterdam).

Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). Principles, techniques, applications.

EN ESPECTROFOTOMETRIA UV/VIS...

Calendario de actividades

BIOFLAVOUR

Esta Reunión Internacional tendrá lugar en Glasgow, del 26 al 28 de setiembre de 1990.

Tratará de presentar los últimos avances en formación, estudio y aplicación de aromas y sabores de origen biológico. Será de interés para especialistas en alimentos, bebidas, perfumes, etc., en un contexto sobre todo industrial.

Las conferencias se agruparán en los siguientes temas:

- Evaluación de aromas.
- Uso de ordenadores en el estudio de aromas.
- Aromas procedentes de distintas variedades.
- Biotecnología.
- Aromas procedentes del procesado y la fermentación.

Se celebrará también una sesión de carteles.

El programa es el siguiente:

Tema: Assessment of flavour

Overview: Predicting acceptability from flavour data.
Prof. Howard Schutz, *Department of Consumer Sciences, University of California, Davis, USA.*

Sensory analysis
Dr. Peter Dürr, *Swiss Federal Research Station for Fruit-Growing, Viticulture & Horticulture, Wädenswill, Switzerland.*

Food acceptability
Dr. Anthony William, *Sensory Research Laboratories Ltd, Bristol, England.*

Psychology of Flavour
Dr. Steve van Toller, *Department of Psychology, University of Warwick, Coventry, England.*

Tema: Use of computers in flavour assessment

Overview: Data collection and statistical analysis
Dr. J.R. Piggott, *Department of Bioscience & Biotechnology, University of Strathclyde, Glasgow, Scotland.*

Matching sensory with instrumental analyses
Dr. Magni Martens, *Centre for Technology and Culture, University of Oslo, Norway.*

Production optimisation
Prof. Mario Bertuccioli, *Istituto di Technologie Agro Alimentari, Universita degli Studi della Tuscia, Viterbo, Italy.*

Software for data collection and processing
Dr. Peter Punter, *Oliemans Punter & Partners, Utrecht, The Netherlands.*

Tema: Flavours arising from breeding

Overview: Effects of breed and variety
Dr. A. Peterson, *Department of Bioscience & Biotechnology, University of Strathclyde, Glasgow, Scotland.*

Fruit flavours
Dr. R. Rousseff, *Citrus Research and Education Center, Lake Afred, Florida, USA.*

Cereal flavours
Prof. Caj Eriksson, *SIK - Swedish Food Research Institute, Goteborg, Sweden.*

Meat flavours
Dr. Don Mottram, *Department of Food Science and Technology, University of Reading, England.*

Overview: Consumer perceptions of natural foods
Kate Drew, *Department of Food and Hospitality Services, Sheffield City Polytechnic, England.*

Biotechnical production of flavours - current status
Dr. R.C. Berger, *Institut fur Lebensmitteltechnologie u Analytische Chemie, Technische Universitat Munchen, Federal Republic of Germany.*

Tema: Flavours from fermentation and processing

Overview: Natural flavours for alcoholic beverages
Dr. Jacques Bricout, *Centre de Recherche Pernod Ricard, Creteil, France.*

Beer flavour
Mr. L.C. Verhagen, *Heineken Technisch Beheer BV, Zoeterwoude, The Netherlands.*

Wine flavour
Prof. Ann Noble, *Department of Enology and Viticulture, University of California, Davis, USA.*

Distilled beverage flavour
Dr. H. Maarse, *CIVO-Instituten TNO, Zeist, The Netherlands.*

Tema: Flavour arising from processing

Cocoa flavours
Dr. B.D. Baigrie, *Cadbury Schweppes plc, Reading, England.*

Cheese flavour
Dr. B. Law, *AFRC Institute of Food Research, Reading, England.*

Savoury flavours
Dr. D.G. Land, *Taint Analysis and Sensory Quality Services, Norfolk, England.*

Información

Puede solicitarse a: Penny Moon, Conference Manager o Gill Spear, Conference Coordinator, Elsevier Seminars, Mayfield House, 256 Banbury Road, Oxford OX2 7 DH, Reino Unido.
Fax 44 (0) 865 31 09 81.

I CONGRESO INTERNACIONAL DE TECNOLOGIA Y DESARROLLO ALIMENTARIOS

Tendrá lugar en Murcia, del 13 al 16 de noviembre de 1990, coincidiendo con la celebración de la Feria "Murcia Alimentación 90" en la localidad murciana de Torrepacheco.

Programa científico

Constará de conferencias pronunciadas por personalidades y profesionales de reconocido prestigio internacional; carteles y mesas redondas.

Temática

Son temas de interés:

- Formación, información y documentación.

O EN

* AUTOMATIZACION DE LABORATORIO
* FT/IR
* EMISION ATOMICA

- Nuevas tecnologías para el desarrollo; transferencia de resultados.
- Políticas de fomento del desarrollo tecnológico.
- Control de la contaminación industrial.
- Ingeniería y gestión de la calidad; prospectiva y gestión de mercados.

Todo ello aplicado a:
- Frutas y hortalizas.
- Vinos y otras bebidas.
- Carnes y pescados.

Solicitud de información:
Secretaría técnica: Avda. Teniente Flomesta, 2, 30007 Murcia.
Tel. (968) 21 55 35.
Fax (968) 21 46 47.

18 INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON CHROMATOGRAPHY

Tendrá lugar en Amsterdam, del 23 al 28 de setiembre de 1990. Se celebrará bajo los auspicios de la Real Sociedad de Química de Holanda (KNCV) y la Chromatographic Society (UK), así como por el Arbeitskreis Chromatographie der Fachgruppe Analytische Chemie der Gesellschaft Deutscher Chemiker y el Groupement pour l'Avancement des Methodes Spectroscopiques et Physico Chimiques d'Analyse.

Programa científico

Incluirá aspectos fundamentales, instrumentación, desarrollo y nuevas aplicaciones de las diversas técnicas cromatográficas: LC, SFC, GC capilar y PC, así como técnicas afines: FFF, electroforesis capilar, etc.

Las conferencias plenarias correrán a cargo de especialistas de prestigio y versarán sobre:
- Técnicas acopladas: LC/GC, LC/MS, GC/FTIR, SFE con técnicas cromatográficas.
- LC miniaturizada y preparativa, nuevas fases, separación de enantiómeros y biopolímeros.
- Nuevos sistemas de muestreo y nuevas fases en GC.
- Sistemas de detección y columnas capilares en SFC.
- Electroforesis capilar y electrocromatografía: puesta al día.
- PC cuantitativa y su acoplamiento con MS.
- Automatización y manejo de muestras.
- Sistemas expertos en cromatografía.
- Aplicaciones en biotecnología, productos naturales, análisis ambientales y biomedicina.

La mayor parte de las comunicaciones se presentarán en forma de carteles.

Las empresas de material cromatográfico celebrarán seminarios sobre los últimos avances en instrumentación y/o aplicaciones.

Exposición comercial

Tendrá lugar simultáneamente a las sesiones y no será necesario estar inscrito para asistir a ella.

Información

Symposium Secretariat 18th ISC, c/o RAI Organisatie Bureau Amsterdam bv, Europaplein 12, 1078 GZ Amsterdam, Holanda.
Fax 31 (0) 20 46 44 69.

CONGRES DE CHROMATOGRAPHIES EN PHASES LIQUIDE ET SUPERCRITIQUE

Tendrá lugar en París, del 22 al 24 de enero de 1991, organizado por la División "Chimie Analytique" de la Societé Francaise de Chimie (SFC).

El programa incluirá conferencias plenarias, comunicaciones orales y sesiones de carteles.

La temática tratará los últimos avances en LC y SFC, abordando en particular:
- Tratamiento de muestra
- Métodos de detección.
- Acoplamientos.
- Separación de fluidos biológicos, moléculas quirales, etc.

Puede solicitarse información a:
Societé Francaise de Chimie, División "Chimie Analitique" - Congrès CPL/CPS, 250 rue Saint Jacques, 75005 París, fax (1) 40 46 83 80.

12 INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON CAPILLARY CHROMATOGRAPHY

Tendrá lugar en Kobe (Japón) del 11 al 14 de setiembre de 1990.

El simposio constará de conferencias plenarias, sesiones de discusión y carteles, que abarcarán los siguientes temas:

Técnicas de microseparación:
- GC capilar.
- GC capilar acoplada a MS, FTIR y AES.
- Micro HPLC.
- SFC.
- Cromatografía electrocinética.

Nuevos métodos y aplicaciones:
- Análisis ambiental.
- Reactivos orgánicos.
- Análisis farmacéutico.
- Control de drogas.
- Petroquímica.
- Aromas.
- Alimentos y bebidas.
- Proteínas y péptidos.

Se podrán solicitar becas de asistencia, dirigidas al Dr. K. Jinno, Scool of Materials Science, Tohoyashi University of Technology, Tohoyashi 440, Japón, quien también puede suministrar más información.

INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON APPLICATIONS OF HPLC IN ENZYME CHEMISTRY

Tendrá lugar en Verona (Italia) del 8 al 21 de setiembre de 1990, organizado por los Institutos de Medicina Legal y Química Clínica de la Universidad de Verona.

La temática del congreso, cuya lengua oficial será el inglés, cubrirá los siguientes cuatro campos:

PIENSE EN HEWLETT-PACKARD

HEWLETT PACKARD, EMPRESA LIDER EN:

* CROMATOGRAFIA DE GASES
* CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS
* ESPECTROMETRIA DE MASAS
* ESPECTROFOTOMETRIA UV/VIS
* ESPECTROFOTOMETROS FT/IR Y EMISION ATOMICA
* SISTEMAS DE AUTOMATIZACION DE LABORATORIO

HEWLETT PACKARD

- desarrollo de ensayos para enzimas individuales.
- análisis de productos de la actividad enzimática.
- ensayos de actividad en complejos multienzimáticos.
- desarrollo y uso de reactores enzimáticos en HPLC,

incluyendo conferencias plenarias, comunicaciones orales y carteles.

Simultáneamente tendrá lugar una exposición comercial.

Para más información: Dr. E. Trabeti, Istituto di Medicina Legale, Policlinico Borgo Roma, 37134 Verona, Italia.

7 SYMPOSIUM ON LIQUID CHROMATOGRAPHY-MASS SPECTROMETRY

Tendrá lugar en Montreux (Suiza) del 31 de octubre al 2 de noviembre de 1990.

En el comité organizador figuran D. Barceló (CID-CSIC, Barcelona), G.J. de Jong (Free University, Amsterdam), D.E. Games (Univ. Cardiff), J.D. Henion (Cornell University, N. York), K. Schellenberg (Sandoz, Suiza) y J. van der Greef (Univ. Leiden).

El simposio, que tocará todos los avances en LC/MS, MS/MS y SFC/MS, incluirá también aplicaciones en campos como análisis ambiental, clínico y farmacéutico.

Paralelamente tendrá lugar una exposición comercial.

Para obtener más información, escribir a: M.frei-Hausler, Strengigäsli 20, CH-4123 Allschwill, Suiza.

PROXIMAS REUNIONES DE ESPECTROMETRIA DE MASAS

19-23 August

8th International Symposium on Mass Spectrometry in Life Sciences, Ghent.

Professor A. De Leenheer, Laboratoria voor Medische Biochemie en voor Klinische Analyse, Harelbekestraat 72, B-9000, Ghent, Belgium.

10-12 September

The Silver Jubilee Meeting of the British Mass Spectrometry Society, London, UK.

Dr. A. Mallet, Institute of Dermatology, St Thomas' Hospital, Lambeth, London. SE1 7EH.

19-21 September

8th International Congress of the French Society for Mass Spectrometry, Nice.

Dr. P-C María, Groupe FT-ICR, Laboratory of Physical Organic Chemistry, University of Nice, France.

23-27 September

Asilomar Conference on Mass Spectrometry, Intermediates in Gas Phase Ion Chemistry. Pacific Grove, California.

Judith A. Watson, ASMS, PO Box 1508, East Lansing, MI-48826-1508, USA.

8-11 October

School on Quantitative Mass Spectrometry, Florence, Italy.

Gloriano Moneti, Dip Farmacologica, Universita di Firenze, Viale Morgagni, 65, 50134 Firenze, Italy.

12-20 October

Mass Spectrometry in Solid State Analysis, Tbilisi, Georgia, USSR.

Dr. Yuri Khodeyev, Scientific Secretary Commission, Institute for High Temperatures, USSR Academy of Sciences, Izhorskaya 13/19, Moscow 127412, USSR.

31 October-2 November

7th Symposium on Liquid Chromatography-Mass Spectrometry, Montreaux, Switzerland.

M. Frei-Hausler, Strengigassli 20, CH-4123 Allschwil, Switzerland.

1991

20-23 March

Petromass 91. International Symposium on the Use of Mass Spectrometry in the Analysis of Oil and Coal Products, Leipzig, DDR.

Dr. J. Stach, Sektion Chemie, Karl-Marx Universitat, Talstrasse 35, Leipzig 7010, DDR.

19-24 May

39th AMSM Conference on Mass Spectrometry and Allied Topics, Nashville, Tennessee.

Judith A. Watson, ASMS, PO Box 1508, East Lansing, MI-48826-1508, USA.

26-30 August

12th Triennial International Mass Spectrometry Conference, Amsterdam (IMSC-XXII).

c/o RAI Organisatic Bureau Amsterdam bv, Europaplein 12, 1078 G2, Amsterdam, The Netherlands.

Información bibliográfica

RESEÑA DE LIBROS

"Quantitative structure-chromatographic retention relationships".

R Kaliszan

J Wiley & Sons, N. York y Chichester, 1987.

Un libro de 300 páginas, dividido en doce capítulos y dedicado a un tema que, aún siendo muy específico, no ha dejado de ser cultivado por numerosos especialistas, desde la época de Martin hasta la actual.

Después de una breve introducción, el autor sienta las bases del tema describiendo los mecanismos de interacción en cromatografía. A continuación pasa a exponer la metodología para la obtención de datos de retención propia de cada una de las principales modalidades cromatográficas; seguidamente describe los parámetros moleculares, fisicoquímicos y topológicos que se han usado hasta la fecha en este tipo de estudios. Da cuenta también de los principales tratamientos matemáticos que se han usado, aunque de forma bastante somera. El capítulo final menciona una serie de aplicaciones de los datos de retención a estudios de relación estructura-actividad biológica.

Cada uno de los capítulos va respaldado por una bibliografía muy amplia y actualizada, concluyendo con un buen índice temático.

En resumen, es un libro recomendado para aquellos que trabajen o se interesen en el tema que le da título, sea en GC, HPLC o TLC

* * *

"Advances in Chromatography". Vol. 29.

Marcel Dekker Inc., N. York y Basilea, 1989.

El volumen incluye temas de metodología y aplicaciones biotecnológicas.

El primer capítulo, escrito por R.A. Wallingford y A.G. Ewing, está dedicado a la electroforesis capilar y está muy bien organizado como introducción a la técnica. Tras presentar los fundamentos teóricos, describe procedimientos de inyección y detección, dedicando más espacio a las modalidades de separación: electroforesis capilar en gal, isoelectroenfoque capilar, etc., y a su utilización en la separación de moléculas de interés.

T.M. Phillips es el autor del capítulo 3, sobre cromatografía de inmunoafinidad de alta eficacia. Tras explicar sucintamente los fundamentos teóricos, pasa a describir los principales tipos de anticuerpos, las técnicas para su inmovilización sobre diversos soportes y la construcción de columnas, así como las condiciones de operación, terminando con la descripción breve de algunas aplicaciones.

Los otros tres capítulos se refieren a temas de aplicación. El segundo, "Multidimensional chromatography in biotechnology", por D.F. Samain, tiene cierta relación temática con el cuarto "Protein purification by multidimensional LC" aunque su planteamiento es diferente. El quinto y último, "Fuorescence derivatization in HPLC" es un amplio listado de reactivos y reacciones fluorescentes para ser utilizados con toda clase de grupos funcionales, que puede considerarse de utilidad general.

ARTICULOS DE INTERES

En esta sección se presentan los artículos más interesantes aparecidos en la bibliografía en los últimos meses, en diversos aspectos de la cromatografía y técnicas afines. Se pretende con ello que todos nuestros socios estén informados de los avances y novedades destacadas en campos distintos al suyo propio, lo que no dudamos redundará en beneficio general. Los resúmenes presentados se han encargado a miembros de la junta directiva, pero esperamos colaboraciones espontáneas de aquellos que, siendo expertos en un tema específico, consideren que han encontrado algunas referencias que merecen la pena ser conocidas por todos.

D.A. Martire.

Application of a unified molecular theory to gas-liquid chromatography.

J. Chromatog., 471 (1981) 71.

El autor ha desarrollado una nueva teoría que denomina "teoría molecular unificada de cromatografía fluido-líquido" aplicable a fases móviles en estado líquido, gaseoso o de fluido supercrítico. Los resultados para sistemas sencillos en cromatografía de gases (tanto soluto como fase estacionaria son n-alcanos) coinciden con los experimentales, por lo que parece de interés la aplicación de esta teoría a casos más complejos.

A.K. Bemgard, L.G. Blomberg, A.L. Colmsjö.

Contribution of interfacial resistance to plate height in open tubular gas chromatography.

Anal. Chem., 61 (1989) 2165.

La ecuación que relaciona la HEPT de una columna capilar con la velocidad del gas portador se ha usado tanto con fines prácticos como en el cálculo de magnitudes físico-químicas (p.ej., coeficientes de difusión). Hasta la fecha, se suponía que la contribución al ensanchamiento de banda de la resistencia a la transferencia de masas en la interfase era despreciable frente a otras causas. Bemgard y col. demuestran que su importancia relativa depende del espesor de película: para columnas de 0.5 µm su contribución puede ser diez veces superior a la de la resistencia a la transferencia de masas en la fase estacionaria, en la que hasta ahora se incluía.

En el cálculo de los coeficientes de difusión en la fase estacionaria, cuando no se considera esta contribución se obtienen valores muy inferiores a los reales (entre 4 y 5 veces menos para columnas de 0.5 µm).

I.L. Davies, K.E. Markides, M.L. Lee, M.W. Raynor, K.D. Bartle.

Applications of coupled LC/GC; a review.

HRC & CC, 12 (1989) 193.

El elevado número de aplicaciones del acoplamiento LC/GC aparecidas en los últimos años justifica esta revisión, que, aunque menciona las características de los sistemas que actualmente se utilizan, presta una mayor atención a su uso práctico en campos como combustibles (derivados del carbón y de petróleos), bioquímica y farmacia, alimentación y medio ambiente. Se presentan en forma de tabla las

PROCESADORES DE DATOS PARA CROMATOGRAFIA

SHIMADZU

Ahora le ofrecemos una amplia gama:

C-R6A

Procesador de datos fiable y económico.
Almacenamiento de cromatogramas y reprocesamiento.
Programación en BASIC.
Interface standard para cassette.
Interface externa para cromatógrafo o computador externo.

C-R5A

Procesador de Datos con capacidad para 2 canales.
Almacenamiento de cromatogramas y reprocesamiento.
Tarjeta IC (RAM) para archivo de datos, programas o parámetros. Puede procesar con precisión picos tan pequeños como 0,04 seg. (anchura a media altura).

C-R4A

Procesador de Datos de altas prestaciones.
Con pantalla, discos floppy y capacidad de doble canal simultáneo en tiempo real.
Programación vía menú a través de la pantalla.
Gran potencia cuantitativa.

COMPATIBLES CON CUALQUIER CROMATOGRAFO DE GASES O DE LIQUIDOS

IZASA

IZASA, S.A.
C/. Aragoneses, 13
Pol. Ind. Alcobendas
28100 MADRID

C/. Calabria, 174
08015 BARCELONA

DELEGACION CATALUÑA: 425 01 00. **BILBAO:** 476 13 50. **GIJON:** 35 67 46.
GRANADA: 28 07 50. **LAS PALMAS:** 28 21 48. **MADRID:** 653 71 99.
MALAGA: 39 28 87. **MURCIA:** 29 87 11. **PALMA DE MALLORCA:** 28 91 71.
SANTANDER: 25 30 16. **SANTIAGO DE COMPOSTELA:** 58 28 00.
SALAMANCA: 24 09 70. **SEVILLA:** 436 41 66. **TENERIFE:** 61 60 51.
VALENCIA: 347 66 25. **VALLADOLID:** 23 59 27. **ZARAGOZA:** 56 04 46.

contribuciones más importantes de distintos grupos de trabajo que utilizan esta técnica. Un artículo de divulgación sobre este tema ha aparecido en Anal. Chem. 60 (11) (1988) 683A

J. Zhu, E.S. Yeung
Direct coupling of planar chromatography to gas chromatography by laser desorption.
Anal. Chem. 61 (1989) 1906
En un sistema de TLC especialmente diseñado, se utiliza la desorción mediante láser para vaporizar las fracciones separadas, que se analizan a continuación por cromatografía de gases. El método puede utilizarse para confirmar la identificación de compuestos bien separados o como un sistema multidimensional para mejorar la resolución en el caso de muestras complejas.
J. Sanz

B.L. Karger, A.S. Cohen, A. Guttman
High performance capillary electrophoresis in the biological sciences.
J. Chromatogr., 492 (1989) 585-514.
Es un artículo de revisión centrado fundamentalmente en proteínas, péptidos y deoxioligonucleotidos.
Después de exponer brevemente los principios de la técnica, se describen las ecuaciones fundamentales y el efecto que el flujo electrosmótico puede tener. También se describe someramente la instrumentación: detección y colección de fracciones. Los autores prevén un gran futuro para la detección fluorimétrica indirecta inducida por láser.
Se exponen las diferentes modalidades de separación: columnas abiertas con y sin título electroosmótico, cromatografía electrocinética, isoelectroenfoque y geles capilares.

P.D. Grossman, J.C. Colburn, H.H. Lauer.
A semiempirical model for the electrophoretic mobilities of peptides in free-solution capillary electrophoresis.
Anal. Biochem. 179 (1989) 28-33.
Se propone un modelo semiempírico que relaciona la movilidad electroforética de los péptidos con su tamaño y carga. Se demuestra que para los péptidos que difieran en un aminoácido no cargado, el valor de su movilidad electroforética se relaciona bastante bien con la hidrofobia del péptido.

A. Guttman, A.S. Cohen, D.N. Neiger, B.L. Karger.
Analytical and micropreparative ultrahigh resolution of oligonucleotides by polyacrylamide gel high-performance electrophoresis.
Anal. Chem. 62 (1989) 137-141.
En este trabajo los autores presentan sus últimos logros en capilares rellenos de geles de acrilamida de eficacia muy elevada, que utilizan para la separación de oligonucleótidos. La reproducibilidad de tiempos de retención es elevada y es posible recoger fracciones para ulterior análisis.
J.C. Díez Masa

Macaudiére, P; Caude, M; Rosset, R; Tambuté, A. J.
CO2 Supercritical Fluid Chromatography with chiral stationary phases: a promising coupling for the resolution of various racemates.
Chromatogr. Sci., vol. 27, No. 7 (1989), pp. 383-394.
Estudio de la resolución de isómeros ópticos con diferentes fases estacionarias quirales: fases tipo Pirkle, ciclodextrinas, poliméricas, etc.

Levy, J.M.; Cavalier, R.A.; Bosch, T.N.; Rynaski, A.F.; Huhak, W.E.
Multidimensional Supercritical Fluid Chromatography and Supercritical Fluid Extraction.
J. Chromatogr. Sci., vol. 27, No. 7 (1989), pp. 341-346
Se estudian diferentes tipos de acoplamiento online como: SFC-CG, SFC (columnas rellenas)-SFC (columnas capilares), etc. Se efectúa también una primera evaluación del acoplamiento SFE-CG y SFE-SFC.

Ong, Ch.P.; Ong, H.M.; Yau Li, S.F.; Lee, H.K.
The extraction of cholesterol from solid and liquid matrices using supercritical CO2.
J. Microcol. Sep., vol. 2 (1990), pp. 67-73.
Diseño y construcción de un extractor que permite trabajar con CO2 supercrítico. Extracción de colesterol de la yema de huevo y del suero sanguíneo con porcentajes de recuperación de hasta 98% y análisis de los extractos mediante SFC.

Raynor, M.W.; Moulder, R.; Davies, I.L.; Clifford, A.A.; Bartle, K.D.; Hall, J.E.
Dual capillary column Supercritical Fluid Chromatography.
HRC, vol. 13 (1990), pp. 22-26.
SFC con un inyector y dos columnas capilares de diferente selectividad en las que se realiza simultáneamente la separación cromatográfica. El sistema descrito se aplica para optimizar la separación y aumenta la fiabilidad de la identificación de distintos compuestos presentes en una mezcla de hidrocarburos aromáticos policíclicos y en cervezas.

King, J.W.
Applications of capillary Supercritical Fluid Chromatography-Supercritical Fluid Extraction to natural products.
J. Chromatogr. Sci., vol. 28, No. 1, (1990), pp. 9-14.
Acoplamiento SFE-SFC con columnas capilares que permite la caracterización de muestras a escala micro. Se estudia la extracción y SFC para diferentes productos naturales como colesterol, ceras, ácidos grasos, etc.

Ashraf-Khorassani, M.; Taylor, L.T.; Henry, R.A.
Packed column Supercritical Fluid Chromatographic comparison of conventional and polymer-coated silica bonded phases.
Chromatographia, vol. 28, No. 11/12 (1989), pp. 569-573.
Comparación de fases estacionarias, convencionales y ligadas al polímero, tipo metil, octil y fenil, utilizando analitos de diferente polaridad.
F. Ibáñez

APLICACIONES CROMATOGRAFICAS AL ESTUDIO DE LA MATERIA ORGANICA DE LAS PARTICULAS EN ZONAS ABISALES DE LOS OCEANOS ATLANTICO Y PACIFICO

Las técnicas cromatográficas pueden ser aplicadas al estudio de zonas remotas de nuestro planeta tales como las abisales. Recientemente, ha sido publicado un estudio acerca de los flujos ascendentes y descendentes de compuestos lipídicos en estas zonas (J.O. Grimalt *et al.,* Nature, *345,* 147-150 (1990) que ha puesto de manifiesto algunos fenómenos sorprendentes.

Hasta el momento presente se conocía la existencia de dos tipos de partículas en el océano, las descendentes y las partículas en suspensión. Dichos autores y otros pusieron recientemente de manifiesto la existencia de un flujo de partículas ascedente. Estas investigaciones se llevan a cabo mediante trampas de sedimentos que consisten en grandes embudos que se colocan boca arriba o boca abajo en zonas profundas del mar. En dichos embudos se recogen las partículas acumuladas durante intervalos de tiempo del orden de 3-4 meses. La instalación y control de estos embudos es complicada y costosa. Normalmente se colocan en hileras de 4 a 6, en este caso a profundidades entre 2.000 y 4.500 m.

Los resultados más interesantes del análisis de este tipo de muestras se han obtenido mediante cromatografía de gases y cromatografía de gases acoplada con espectrometría de masas. El flujo de partículas ascendentes representa entre un 0,5 y un 1% del flujo de partículas descendentes per esta relación se invierte al estudiar los compuestos lipídicos. El flujo ascendente de esteroles supone entre el 0,19 y el 190% del flujo descendente y la diferencia es todavía más importante al estudiar los ácidos grasos 15-13.000%. La composición de las partículas ascendentes corresponde fundamentalmente a residuos de zooplancton y crustáceos. Por el contrario, el material descendente muestra un predominio de aportes orgánicos algales. Ello plantea que la formación de materiales flotantes en las zonas abisales puede actuar como un mecanismo de selección que dé lugar a un reciclado de compuestos lipídicos retornándoles a capas superiores del océano mientras que sólo los productos más refractarios se acumulan en los sedimentos. Los resultados de este estudio cromatográfico, conllevan algunas consecuencias importantes.

En primer lugar, acerca de la interpretación del registro sedimentario de compuestos orgánicos acumulados en los océanos. Se debe tener en cuenta que variaciones en la composición sedimentaria pueden deberse exclusivamente a cambios en las relaciones entre flujo ascendente y flujo descendente de los compuestos. A priori, dichas variaciones no se pueden atribuir directamente a cambios en las aguas superficiales del océano.

En segundo lugar, con respecto a la utilización de las fosas marinas para la cumulación de residuos radiactivos (profundidades superiores a 2.000 metros). Una de las ventajas atribuidas a semejante actividad consiste en el hecho de que a estas profundidades no existen corrientes de agua ascendentes, por tanto en caso de rotura de contenedores los contaminantes radiactivos sólo podrían llegar a la superficie al cabo de un tiempo muy largo. Sin embargo, el estudio cromatográfico antes mencionado ha puesto de manifiesto la existencia de un flujo de partículas que ascienden por flotación cuyo origen es biogénico. Este representa un nuevo mecanismo mediante el cual contaminantes radiactivos podrían llegar a la superficie, especialmente en el caso de que pueda producirse efectos de bioacumulación en el zooplancton o los crustáceos abisales.

* * *

Publicaciones de los socios del GCTA

En este número se continúa con el sistema de recogida de datos que se inició en diciembre del 88 (Volumen 9, nº 2). En este caso todas las citas se han recogido en el Chemical Abstracts, nº 110 (1989), ya que aún no disponemos de los índices de autores de 1990. Se han recogido muchas más que en el número anterior,, aunque siempre pueden perderse algunas, debido a los clásicos problemas de los anglosajones al hacer índices con apellidos españoles, especialmente los compuestos. Si algún autor hecha en falta sus trabajos, rogamos nos lo haga saber, con objeto de subsanar la omisión en lo sucesivo.

Si algún lector está interesado en uno o varios de estos trabajos, puede solicitarlos directamente a los autores, buscando su dirección en el último anuario (volumen 8, nº 2); caso de no encontrarla, por tratarse de un socio reciente, puede solicitarla al secretario del Grupo.

I.A. Katime, J.R. Quintana, L.C. Cestos, M.C. Peleteiro.
Melting and crystallization behaviour of the poly(vinylidene fluoride) / poly (monobenzyl itaconate) blends.
Polym. Bull. 21 (1989) 69-76.

A. San Feliciano, J.M. Miguel, M. Gordaliza, M.A. Castro.
Acetylated lignans from Juniperus Sabina.
Phytochem. 28 (1989) 659-60.

V. Celaa, N. Corzo, L.J.R. Barrón.
Extracción, purificación y análisis cromatográfico de triglicéridos.
Aliment. Equipos Tecnol. 8 (1989) 247-54.

D. Barceló.
Effect of ammonium formiate as ionizing additive in thermospray LC-MS for the detremination of triazine, phenylurea and chlorinated phenoxyacetic acid herbicides.
Organic Mass Spectrom. 91 (1989) 710-15.

A. Pla, A.F. Hernández, E. Villanueva.
Mecanismos de hepatotoxicidad.
Med. Clin. 91 (1989) 710-15.

A. Adell, G.S. Serna, P.H. Hutson, G. Curzon.
An "in vivo" dialysis and behavioral study of the release of 5-HT by p-chloroamphetamine in reserpine-treated rats.
Br. J. Pharmacol. 97 (1989) 206-12.

D.J. Eatough, C.L. Bonner, J.M. Bayona, G. Richards y otros.
Chemical composition of environmental tobacco smoke. I. Gasphase acids and bases.
Environm Sci. Technol. 23 (1989) 679-87.

S.R. Moinelo, R.M. Menéndez, J. Bermejo.
Fraccionamiento y caracterización de asfaltenos de carbón.
Afinidad, 46 (1989) 17-23.

J.L. Miranda, J.V. Ibarra, R. Moliner, J. Adanez.
Pirolisis del carbón. Efecto del tipo de reactor.
Ing. Quím. 20 (1989) 153-8.

J.V. Ibarra, I. Cervero, R. Moliner, J.L. Miranda, J. Adanaz.
Pirolisis del carbón. Estrategias para el uso de productos de pirolisis.
Ing. Quím. 20 (1989) 95-9.

A. Olano, M.M. Calvo, N. Corzo.
Changes in the carbohydrate fraction of milk during heating processes.
Food Chem. 31 (1989) 259-65.

A. San Feliciano, J.L. López, M. Medarde, J.M. del Corral, B. de Pascual, P. Puebla.
Thuriferic acid. A novel lignan type from Juniperus thurifera Tetrahedron 44 (1988) 7255-60.

D. Prado, J. Vicente, E. Lorenzo, M.H. Blanco, L. Hernández.
Determinación de 1,4-benzodiazepinas por FIA con detección espectrofotométrica.
Quím. Anal. 7 (1988) 323-9.

J.M. Molera, A. Couto, J.A. Domínguez.
Gas phase oxidation of tetrahydrofuran.
Int. J. Chem. Kinet. 20 (1989) 673-89.

F. Gutiérrez, M.A. Albi, R. Palma, J.J. Ríos, J.M. Olías.
Bitter taste of virgin olive oil: correlation of sensory evaluation and instrumental HPLC analysis.
J. Food Sci. 54 (1989) 68-70.

J. Barcenilla, I. Estrella, C. Gómez Cordovés, T. Hernández, L. Hernández.
The influence of yeasts on certain non-volatile components of wine.
Food Chem. 31 (1989) 177-87.

M. Illescas, M. Ricote, E. Méndez, R.G. Robles, J.S. Sancho.
Partial purification of a sodium pump inhibition from bovine adenolypolysis. Its comparison with the natiuretic factor isolated from hypothalamus.
Chim. Exp. Hypertens. Part A A10 (1988) 301-7.

A. San Feliciano, M. Medarde, E. del Olmo, J.M. del Corra.
The structures of pulicaral and related sesquiterpenoids from Pulicaria palendosa.
J. Nat. Prod. 51 (1988) 1153-60.

S. Rubio, L.M. Polo, V. Rodríguez, M. Gómez.
Comparative study of spectrofluorometric and spectrophotometric methods for anionic surfactans determination in waste water.
An. Quím. C 84 (1988) 361-5.

B. Alcavide, D. Arjona, R. Fernández, J. Plumbert, I. Rodríguez, M.J. Santesmases.
Reduction of N-substituted acetyl and benzoyle Harimines.
J. Chem. Res, Synop. 1988 (J) 98-8.

A. Hernández, M. Alonso, M. Martín Lomas, C. Pascual, S. Panadés.
Synthesis, NMR and preliminary binding studies of a new chiral macrocycle from b-cyclodextrin.
Tetrahedron 43 (1987) 5457-60.

M.G. López, M.A. Moro, C.F. Castillo, C.R. Anlilejo, A.G. Gavía.
Variable, voltage-dependent, blocking effects of mitendipine verapanil, diltiazeno, cinnaricine and cadmium on adenomedullary secretion.
Br. J. Pharmacol 96 (1988) 725-31.

A. Díaz Marot, E. Monfort, L. Comellas, M. Gassiot.
Aplicación del cloruro de dansilo y del 1-fluoro-2,4 dinitrobenceno en HPLC.
Afinidad 45 (1988) 401-C.

M. Valls, J.M. Bayona, J. Albaigés.
Use of trialkylamines as on indicator of urban sewage in shudges, coastal waters and sediments.
Nature 337 (1989) 722-4.

E. Pérez Urria, C. Vicente.
Purification and base properties of a secreted urease from Evernia prunastri thallus.
J. Plant Physiol. 133 (1989) 692-5.

J.I. Gómez Belinchón, J. Mª Bayona.
Preparación de columnas capilares de vidrio y sílice fundida y su aplicación en la determinación de compuestos orgánicos volátiles en agua.
Afinidad 45 (1988) 486-90.

M.P. Cano, J.L. de la Plaza, L. Muñoz Delgado.
Effects of several post harvest fungicide treatments on the quality and ripeness of cold stored apples.
J. Agric. Food Chem. 37 (1989) 330-3.

T.M. Tavares, V.C. Rocha, C. Porte, D. Barceló, J. Albaigés.
Applications of the unusual watch concept in studies of hydrocarbons, PCBs and DDT in the Brazilian Bay of Todos os Santos.
Mar. Pollut. Bull. 19 (1988) 575-8.

F. Saura Calixto.
Effect of condensed tannins in the analysis of dietary fiber in carrob pods.
J. Food Sci. 53 (1989) 1769-71.

F. Pechaz, L.M. Polo, C. Gil.
Aplicaciones analíticas de las emulsiones O/W: determinación de Zn en plásticos por AAS.
An. Quím. (B) 84 (1988) 252-5.

J. Felgueroso, A. Martínez Alonso, M.R. Martínez Tarazona, J.M. Díaz Tascón.
The determination of mineral matter content of low rank coals.
J. Coal Qual. 7 (1988) 127-31.

M.D. Blanco, J.M. Teijon, J.A. Onrubia, I. Katime.
Thermodynamic properties of poly (ethyl methacrylate) in binary mixtures III. Ethyl acetate/n-propanol.
Polym. Bull. 20 (1988) 563-8.

J.O. Grimalt, J.I. Gómez Belinchón, R. Llop, J. Albaigés.
Water-phase distribution of HCB in a deltaic environment.
Chemosphere, 17 (1988) 1893-903.

P. Ballester, A. Costa, A. García Raso, A. Gómez, R. Mestres.
Dienediolates from unsaturated carboxylic acids. Michel addition of dilithium 1,3-butadiene-1,1-diolate to unsaturated ketones.
J. Chem. Soc. Perkin Transact. 1 (1988) 1711-17.

E. Fernández García, M. de Frutos.
El aroma del queso. Composición y análisis.
Aliment. Equipos Tecnol. 7 (1988) 95-102.

N. Corzo.
Propiedades funcionales de las proteínas de leche. Caseinas.
Aliment. Equipos Tecnol. 7 (1988) 61-6.

M.M. Calvo.
Desnaturalización térmica de las proteínas de suero.
Aliment. Equipos Tecnol. 7 (1988) 87-91

J. Flores, P. Nieto, S. Bermell, J. Alberola.
Cambios en los ácidos grasos durante el curado del jamón. II. Tejido adiposo subcutáneo.
Rev. Agroquím. Tecnol. Alim. 28 (1988) 90-6.

J.L. Ruano, P. Noheda, J. Sanz.
Configurational assignment of diastereoisomeric 2-heterosubstituted sulfoxides by application of multivariate analysis methods to their NMR parameters.
J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2 (1988) 967-70.

F. Gaviña, A.M. Costero, A.M. González, S.V. Luis.
Antiaromatic annulenones.
React. Polym. Ion Exch. Sorbents 6 (1988) 203-6.

N. Corzo, M. Ramos, A. Olano, M.M. Calvo, L. Amigo, I. Martínez Castro.
Effect of storage on changes of carbohydrates and protein fractions of milks submitted to different thermal treatments.
Chem. Mikrobol. Tecnol. Lebensm. 11 (1988) 175-80.

P. Fernández, A. Porte, D. Barceló, J.M. Bayona, J. Albaigés.
Selective enrichment procedures for the determination of polychlorobiphenyls and PHAs in environmental samples by gel permeation chromatography.
J. Chromatogr. 456 (1988) 155-64.

R. Ventura, R de la Torre, J. Segura
Analysis of naltrexone urinary metabolites.
J. Pharm. Biomed Anal. 6 (1988) 887-93

J. Hernández Méndez, A. Sánchez Pérez, M Delgado, M L. Hernández García
Voltammetric determination of vitamin D3 with a rotating glassy carbon electrode.
J. Pharm. Biomed Anal. 6 (1988) 737-41

M. Rodríguez Alcalá, P. Yáñez Sedano, L.M. Polo
Determination of pentachlorophenol by FIA with spectrometric detection.
Talanta, 35 (1988) 601-4.

M.R. Martínez Tarazona, J.M. Palacios, J.M. Cardín.
The mode of occurrence of chlorine in high volatile bituminous coals from the Asturian Central coalfield.
Fuel 67 (1988) 1624-8.

A. Martínez Alonso, J.M. Díaz Tascón.
A comparative thermoanalytical study of low temperature reactivity of brown coal with dixygen and radiofrequency-activated oxygen.
Thermochim. Acta 134 (1989) 33-8.

L. Alonso, M.C. Martín Hernández.
Lipolisis en queso.
Aliment. Equipos tecnol. 6 (1987) 269-74.

E. Graciani
Caracterización del aceite de oliva virgen español. III. Posibilidad de caracterización de variedades y zona de origen sobre la base del contenido en triacilglicéridos.
Grasas y Aceites, 39 (1988) 105-10.

E. Graciani.
Caracterización del aceite virgen de oliva español. IV. Comparación con otros aceites y grasas en base a su composición en triacilglicéridos.
Grasas y Aceites, 39 (1988) 163-173.

A. Farrán, J. de Pablo, D. Barceló.
Identification of organophosphorous insecticides and their hydrolysis products by LC in combination with U.V. and thermospray-mass spectrometric detection.
J. Chromatogr. 455 (1988) 163-72.

E. Alonso, M.I. Estrella, M.T. Hernández, E. Revilla.
Análisis cuantitativo de compuestos fenólicos de bajo peso molecular en vinos de Rioja, Valdepeñas y La Mancha.
An. Bromatol. 40 (1988) 29-40.

M.D. Cabezudo, J. Almy.
Enrichment of aldehydes and ketones in Sherry.
J. Food Sci. 53 (1988) 1900-1, 1904.

F. Artigas, E. Martínez, E. Gelpí.
Organochlorine pesticides by negative ion chemical ionization. Brain metabolites of lindane.
Biomed Environm. Mass Spectrom. 16 (1988) 279-84.

I. Ramis, J. Serra, J. Roselló, C. Picado, E. Gelpí.
PGE2 and PGF2alfa in the nasal lavage fluid from healthy subjects: methodological aspects.
Prostaglandins, Leukotrienes, Essent. Fatty Acids, 34 (1988) 109.

I. Ramis, J. Serra, J. Roselló, C. Picado, O. Bulbena, A. Agustí, E. Gelpí.
Prostaglandin PGE2 and PGE2alfa levels in nasal secretions from healthy subjects by LC and radioimmunoassay.
J. Pharm. Biomed. Anal. 6 (1987) 1009.

M.I. Arranz Peña, E. Sáez.
Rapid GC microdetermination of soluphylline in serum.
J. Clin. Chem. Biochem. 26 (1988) 791-3.

R. Sánchez Crespo, J. Prada.
Research and behaviour of organic micropollutants from waste distillery wine in anaerobic treatment.
Comm. Eur. Communities (1988) 323.

J. Segura, M. Mestres, J. Aubets, R. de la Torre, B. Ugena, J. Cami.
Detection and quantification of non-steroidal anti inflamatory agents by GC/MS: diclofenac.
Biomed. Environm. Mass Spectrom. 16 (1987) 361.

J.G. Prieto, M.L. Alonso, A. Justel, L. Santos.
Tissue levels of albendazole after in vivo intestinal and gastric absortion in rats.
J. Pharm. Biomed. Anal. 6 (1987) 1059.

O. Arjona, J. Plumet, M.D.K. Sabbagh, I. Hernández, y otros.
Conformational preferences in N-(1-phenylethyl)-2-heptarylidene methanimines. A theoretical (MNDO) and experimental dipole moment study.
J. Chem Res Symp. (1988) 128.

I. Cenzano, A. Madrid, R. Madrid.
Tecnología de extracción y refinación de aceites y grasas.
Aliment. Equipos Tecnol. 7 (1988) 97.

A. Díaz Marot, L. Comellas, M. Gassiot, F. Broto.
Determinación de gentamicina en plasma por HPLC en fase inversa.
Afinidad, 45 (1988) 429.

J.M. Bayona, D. Barceló, J. Albaigés.
Characterization of polar substituted polycyclic aromatic compounds using HRGC/MS negative ions chemical ionization and positive and negative thermospray LC/MS.
Biomed. environm. Mass Spectrom. 16 (1987) 461.

J.I. Gómez Belinchón, J.O. Grimalt, J. Albaigés.
Analysis and persistence of tributyl phosphates in riverine and marine coastal waters.
Chemosphere 17 (1988) 2189-97.

D. Barceló.
Aplication of thermospray LC/MS for determination of organophosphorous pesticides and trialkyl - and triaryl phosphates.
Biomed. Environm. Mass. Spectrom. 17 (1988) 363.

D. Barceló.
Determinación de pesticidas organofosforados por LC/MS con termopulverización.
Quím. Anal. 7 (1988) 144-157.

M.I. Arranz Peña, E. Sáez.
Evaluation of fluorescence immunoassay as a method for the determination of carbamazepine in salive.
J. Pharm. Biomed. Anal. 6 (1987) 1035.

M.I. Arranz Peña, E. Sáez.
Monitoring serum clobazam by isothermal glc with nitrogen detector.
J. Pharm Biomed. anal. 6 (1987) 995.

X. Aparicio, A. Campos, J. Gras, E. Fernández, E. Gelpí.
Determination of buspirone metabolite in plasma samples.
J. Pharm. Biomed. Anal. 6 (1987) 945.

J. Abiá, O. Bulbena, E. Gelpí.
Thermospray LC/MS of prostaglandin methyl ester derivatives: application to the determination of prostaglandins E2 and D2 and D2 in rat gastric mucose.
Biomed Environm. Mass Spectrom. 16 (1987) 215.

M. Ramos, J. Fontecha, M. Juárez, L. Amigo, M.B. -Mafhouz, S.El-Shibiny.
Total and free fatty acids composition and protein fraction of market Domiati cheese.
Egypt. J. Dairy sci. 16 (1988) 165-74.

J. Martí, M. Portolés, I. Jiménez Nacher, J. Cabo, A. Jordá.
Effect of thyroid hormones on urea biosynthesis and related processes in rat liver.
Endocrinol. 123 (1988) 2167.

F. Gaviña, A.M. Costero, M.R. Andreu, S.V. Luis.
Reactivity of azaannulenones.
J. org. Chem. 53 (1988) 6112.

R. Segura, J.L. Ventura.
Effect of L-tryptophan supplementation on exercise performance.
Int. J. Sports Med. 9 (1988) 301-5.

I. Legorburu, L. Canton, E. Millán, A. Casado.
Trace metal levels in fish from Urola river (Spain).
Environm. Technol. Letters 9 (1988) 1373-8.

A. Herranz, P. de la Serna, C. Barro, P.J. Martín, M.D. Cabezudo.
Application of the statistical multivariate analysis to the differentiation of whiskies of different brands.
Food Chem. 31 (1989) 73-81.

F. Ventura, A. Figueras, J. Caixach, I. Espadaler, J. Romero, J. Guardiola, J. Rivera.
Characterization of polyethoxylated surfactants and their brominated derivatives formed at the water treatment plant of Barcelona by GC/MS and FAB mass spectrometry.
Water Res. 22 (1988) 2111-17.

J. Rivera, J. Caixach, A. Figuera, D. Fraisse, F. Ventura.
Application of fast atom bombardment and tandem MS to the identification of organic micropollutants in water.
Biomed. Environm Mass Spectrom. 16 (1987) 403-8.

M. Ramos, M. Martín, T. Reuwers.
Determinación de cloramfenicol en músculo usando HPLC.
Alimentaria 196 (1988) 21-6.

P. Yáñez, C. Nova, L.M. Polo.
Spectrophotometric determination of carbaryl by FIA.
Microchem. J. 38 (1988) 370-5.

I.A. Katime, P.M. Sasia, B. Eguia.
Variation in the thermodinamic proporties of polymethacrylates in binary mixtures.
Eur. Polym. J. 24 (1988) 1159-62.

F. Galán, J. González, P. Aguado.
Measurement of sublimation heat of indole-3-acetic acid and evaporation heat indolylacetonitrile.
Phytochem. 27 (1988) 3069-73.

N. Ferrer.
Use of meteorological data to identify emissor sources of pollutants.
J. Chemom. 3 (1988) 3039-13.

A. Barbé, O. Grimalt, J. Albaigés.
Novel cyclohexyl isoprenoid hydrocarbons in carbonate-evaporite crude oils.
Naturwissenschften 75 (1988) 624-5.

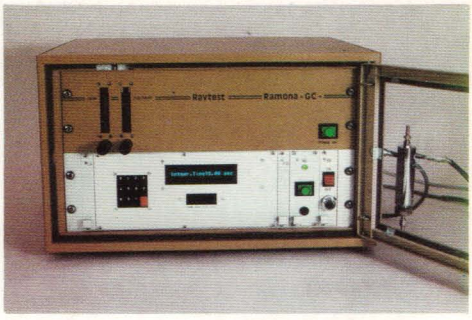
CROMATOGRAFÍA DE GASES:

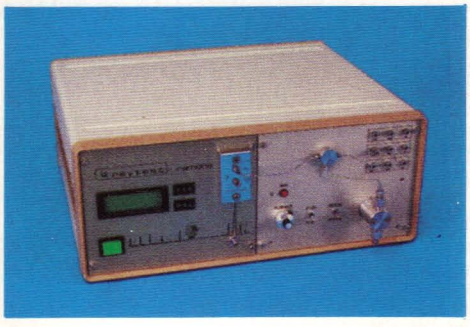
• La necesidad de un equipo de **cromatografía de gases**, **sencillo**, sin grandes sofisticaciones pero robusto y fiable, ***KONIK*** pretende satisfacerla con la versión de bajo costo de un cromatógrafo ***KNK-3000.*** Precios desde 970.000'- ptas instalado y con un año de garantía completa, ***(para más información marque 1)***.

• ***KONIK*** presenta un **nuevo inyector multimodo,** totalmente versátil opotimizado para el análisis selectivo. El sistema de purga de septum programada permite mantener un flujo de inyección total constante mientras se programa la apertura/ cierre de la purga de septum, ***(para más información marque 2)***.

El estudio de metabolitos marcados isotópicamente (^{18}C, ó ^{3}H), es posible mediante el **detector de radioactividad** ***KNK-300-704*** perfectamente optimizado para el análisis capilar, ***(para más información marque 3).***

La aplicación de la cromatografía de gases al análisis medio ambiental está perfectamente resuelta mediante dos productos estrellas:





• **Concentrador de "Purge & Trap" Tekmar LSC-2000** óptimo para el análisis de componentes volátiles en diferentes matrices; equipo homologado para el desarrollo de métodos EPA, ***(para más información marque 4).***

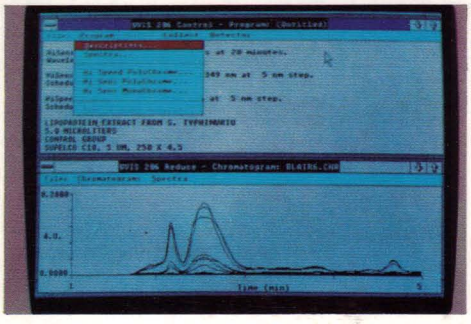
• **Columnas capilares J&W Scientific,** firma lider en este sector con columnas únicas y productos específicos para los métodos EPA. ***(para más información marque 5).***

CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS:

• El **Detector de Barridos espectrales** ***KNK-029-206*** está basado en sistema óptico directo de doble haz con control por microprocesador del monocromador y tratamiento digital de la señal. Ofrece la máxima sensibilidad (0.0005UAFS), rango espectral completo (290-800nm.), celdas optimizadas para cada aplicación y un potente software que permite entre otros: cromatogramas 3D, resta, cociente, normalización, pureza de picos... ***(para más información marque 6).***

• El **Detector de radioactividad para HPLC** ***KNK-020-800*** para análisis de biomoleculas con marcadores isotópicos. Sensible a todas las especies con emisión Beta o Gamma. Permite conjugar la especifidad de las técnicas de marcaje radioactivo con la potencia del análisis de HPLC. Opción software PC. ***(para más información marque 7).***

• El innovador diseño del **Detector de Fluorescencia** ***KNK-029-450*** revoluciona el campo de la detección fluorométrica en HPLC. Doble monocromador, control por microprocesador con autocalibrado, barridos programación de cambios de longitud de onda... Lámpara de xenón flash con haz de referencia, celda de 3 ul, óptica accesible para limpieza. Tratamiento digital de la señal. Programación por menú secuencial con memoria para métodos y cromatogramas. ***(para más información marque 8).***



TRATAMIENTO DE DATOS BASADO EN PC:

• En el proceso de modernización y automatización de su laboratorio, por el precio de un integrador convencional, ***KONIK*** le ofrece la posibilidad de automatizar el tratamiento de sus datos cromatográficos mediante el paquete de **Masterlink** sobre entorno **Windows** compatible con **GC, HPLC o HRGC.**

-Todas las posibilades de visualización, comparación, integración, cuantificación, por varios métodos, reporting, plots, etc. Independientes para cada canal (detector).

Sistema básico de bajo costo para dos canales, ampliable a cuatro sobre 80286 ó hasta ocho canales independientes sobre 80386. Solicite demostración. ***(para más información marque 9).***

Por favor manden la información solicitada a:

Nombre.....

Instituto.....

Departamento.....

Dirección.....

Ciudad.....C.P.....

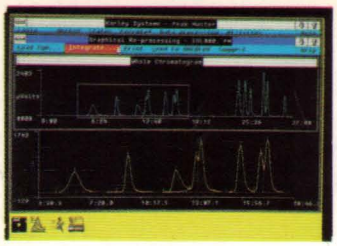
Tel.....Fax.....

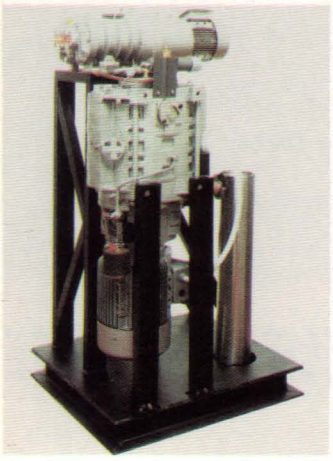
Provincia.....

Firma

SELLO

KONIK Instruments, S.A.
Apartado de Correos, 136
08190 Sant Cugat del Vallès
BARCELONA (España)





ESPECTROMETRÍA DE MASAS DE ALTAS PRESTACIONES:
Las ventajas inherentes de los equipos de espectrometría de masas de campo magnético, tales como el cálculo exacto de masas que permite alta resolución, su alta sensibilidad y el alto rango de masas (superior a 10.000), permite abordar temas no resolubles o alcanzables con equipos cuadrupolares.

• El nuevo **VG AUTOSPEC,** totalmente automatizado y tan facil de utilizar como los cuadrupolos, de geometría patentada EBE, trisector, sintetiza la experiencia de nuestra representada **VG ANALYTICAL** y justifica su posición de liderazgo. Solicítenos nuevos catálogos y hojas de aplicaciones ***(para más información marque 10).***

• Si está interesado en equipos magnéticos de bajo costo tipo **VG TS 250** ***(para más información marque 11)***.

COMPONENTES DE VACÍO:

• **EDWARDS** se identifica, desde siempre, con la máxma calidad y robustez en tecnología de vacío. Las caracteristicas exclusivas de sus bombas y vacuómetros les hacen las más preciadas tanto en la industria como en los laboratorios de investigación. Las marcas más prestigiosas de instrumentación incluyen bombas **rotativas** ***(para más información marque 12),*** **difusoras** ***(para más información marque 13),*** **turbomoleculares** ***(para más información marque 14),*** **criogénicas** ***(para más información marque 15),*** **vacuómetros** ***(para más información marque 16)*** y **controladores de vacío EDWARDS** ***(para más información marque 17).*** **EDWARDS** mejora la calidad de las conexiones de vacío y ofrece precios muy competitivos con los modernos **" Hinged & Swing Clamps "** de polímeros de alta tecnología y las revolucionarias juntas **Co-Seal** ***(para más información marque 18).***

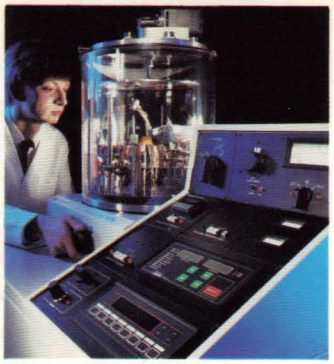
Las **DRYSTAR,** las más fiables y duraderas de las bombas secas del mercado, aumentan su rango y sus aplicaciones a la microelectrónica y a la **industria química** (recuperación de disolventes) ***(para más información marque 19).*** Si le preocupa la limpieza del vacío, las inigualables **DIFFSTACK** ***(para más información marque 20)*** o el sistema **" ultra-alto limpio y seco " turbo MAGLEV de levitación magnética + DRYSTAR** ***(para más información marque 21)*** solucionarán su problema.

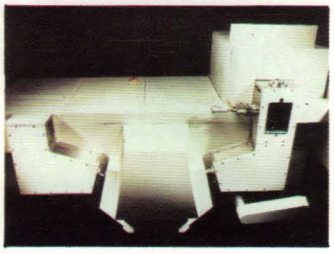
Pensando en la cada vez mayor necesidad de detección de fugas en los laboratorios modernos **EDWARDS** ha introducido los **nuevos detectores portatiles sin necesidad de nitrógeno líquido 300E** (entre 4000 y 4 x 10^{-10} mbar l/s) ***(para más información marque 22)*** que complementan el **SPECTRON 3000** ***(para más información marque 23)*** y a las plantas industriales de detección ***(para más información marque 24).***

• **KONIXBERT** mantiene stock de los principales productos de EDWARDS, así como, de materiales fungibles (conexiones, ***para más información marque 25,*** aceites ***marque 26,*** y recambios) y pone a su disposición su especializado staff técnico.

LIOFILIZACIÓN:
Durante muchos años ha habido la necesidad de un liofilizador de pequeña capacidad, facil manejo y mantenimiento, pequeño tamaño y total versatilidad en cuanto a los recipientes a usar. Todo esto a un precio reducido. El **Micromodulyo de EDWARDS:1,5 kgr.,-50º C;** con un precio excepcional, no compromete la calidad de su empresa y cumple con este propósito ***(para más información marque 27).***

• Las gamas **Modulyo: Micromodulyo** ***(para más información marque 28),*** **Modulyo** ***(para más información marque 29)*** y **Supermodulyo** ***(para más información marque 30)***, ofrecen un amplio rango de liofilizadores de laboratorio. Con capacidad desde 1,5 Kgr. Configurados según el tipo de recipientes a liofilizar. **Minifast** ***(para más información marque 31)*** y **Lioflex** ***(para más información marque 32).*** Para producción piloto, cuando es necesario un estricto control del proceso.Solicite minicatálogo de la línea.





una organización especializada a su servicio

BARCELONA
Ctra. de Cerdanyola, 65-67
08190 Sant Cugat del Vallès - BARCELONA
Tel. (93) 674 32 50 - Fax (93) 674 41 50
Telex 59199 KONK E

MADRID
Rosario Pino, 18
Tel. (91) 571 67 84
Fax (91) 571 67 85
28020 MADRID

VALENCIA
Av del Puerto, 79
Tel. (96) 362 26 04
46021 VALENCIA

SEVILLA
Próxima inaguración

ESTADOS UNIDOS
325, Post Road West
Tel. (203) 454 7039
Fax (203) 454 5601
06880 West port Ct.

PORTUGAL
Rua Conde Redondo, 13-A-CV
Tel. (351-1) 57 57 87
Fax (351-1) 5758 47 Telex 64381
1100 LISBOA

ARGENTINA
H. de la Quintana, 1450-1454
Tel.(54-1) 791 00 20 - 797 81 05
Fax (54-1)791 02 62
Telex 26370 WIN AR
1602 FLORIDA - (Buenos Aires)

1	10	19	28
2	11	20	29
3	12	21	30
4	13	22	31
5	14	23	32
6	15	24	33
7	16	25	34
8	17	26	35
9	18	27	36

Mi campo de aplicación es:

.....

.....

.....

.....

Utilizo habitualmente:

.....

.....

.....

.....

Empresas colaboradoras

PROTECTORAS

- HEWLETT-PACKARD ESPAÑOLA, S.A.
  Ctra. N-VI, km 16,500
  28230 LAS ROZAS (Madrid)

- HUCOA-ERLÖSS, S.A.
  Pº de la Castellana, 241
  28046 MADRID

- KONIK INSTRUMENTS, S.A.
  Rosario Pino, 18
  28020 MADRID

- 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.
  Providencia, 152, bajos
  08024 BARCELONA

- CHEMICONTROL, S.L.
  Avda. Pedro Díez, 25, 3º
  28019 MADRID

- CHROMPACK
  Avda. de América, 58
  28028 MADRID

- IGODA, S.A.
  General Martínez Campos, 41-3º
  28010 MADRID

- INSTRUMATIC ESPAÑOLA, S.A.
  Pº de la Castellana, 127, 2º A
  28046 MADRID

- IZASA, S.A.
  Aragoneses, 13
  Polígono Industrial Alcobendas
  28100 ALCOBENDAS (Madrid)

- KROMXPEK ANALITICA, S.A.
  Ctra. Cerdanyola, 65-67
  08190 SANT CUGAT DEL VALLES (Barcelona)

- LASING, S.A.
  Marqués de Pico Velasco, 64
  28027 MADRID

- MAS NIETO, S.A.
  Josep Irla i Bosch, 5
  08034 BARCELONA

- MICROBEAM, S.A.
  Rambla Volart, 38, entlo. 3º
  08026 BARCELONA

- MICRON ANALITICA, S.A.
  Antonia Ruiz Soro, 2
  28028 MADRID

- MILLIPORE IBERICA.
  DIV. CROMATOGRAFICA 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

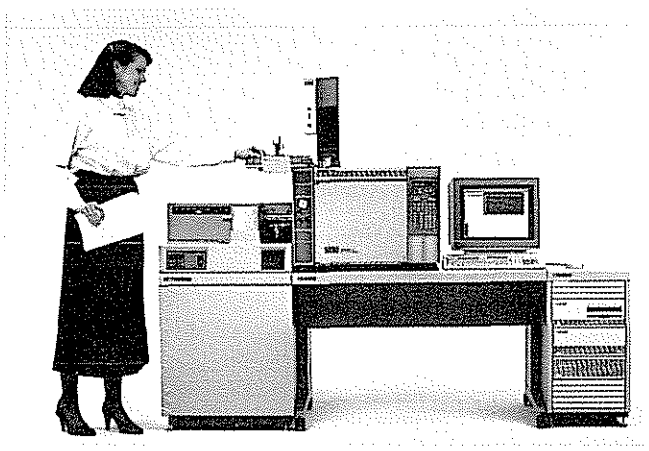
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CARBUROS METALICOS
  Plaza de Cronos, 5
  28037 MADRID

- SUGELABOR
  Sicilia, 36
  28038 MADRID

Novedades técnicas

HP PRESENTA UN NUEVO SISTEMA CUADRUPOLO DE ESPECTROMETRIA DE MASAS

Hewlett-Packard presenta el HP MS Engine, un sistema de espectrometría de masas cuadrupolo de precio medio, especialmente diseñado para laboratorios de investigación, desarrollo de métodos y servicios analíticos.



"Esta es la nueva plataforma para los MS cuadrupolos en la década de los noventa, gracias a su sensibilidad, versatilidad y fiabilidad", ha dicho Lawrence C. Cattran, director de la línea de productos de espectrometría de masas de HP.

El sistema completo, incluyendo GC/LC/MS y periféricos, es controlado por la ChemStation multitarea MS de Hewlett-Packard (serie HP-UX). El software basado en el sistema X Window hace que la versatilidad del MS -Engine de HP y de la ChemStation MS de HP- sea fácil de utilizar mientras que las operaciones básicas -multitarea, networking, sintonización, búsqueda bibliográfica, adquisición de datos y análisis- pueden ser realizadas mucho más eficazmente.

Para conseguir sensibilidad a bajos picogramos (niveles de fentogramos en algunos modos de operación), el sistema óptico completo desde la fuente al detector ha sido re-diseñada utilizando modernas técnicas de computador. Ahora la fuente produce y suministra más iones al detector.

Para sacar ventaja de la mayor eficacia del nuevo diseño óptico, HP ha montado la fuente, las lentes, el analizador y el detector en un sólo banco óptico. El perfecto alineamiento de los componentes es automático alcanzando una sensibilidad hasta diez veces superior a los anteriores espectrómetros de masas cuadrupolos de investigación de HP.

Se incluye como estándar una nueva fuente doble de EI/CI programable, lo que permite la conmutación instantánea entre los modos de operación de impacto electrónico (EI) e ionización química (CI), de forma automática o con pulsar el "ratón" pueden programarse las secuencias para analizar una bandeja de muestras bajo EI, CI positivo y CI negativos, sin necesidad de operador. Una amplia gama de opciones - rango de masas 2.000 amu, LC/MS por haz de partículas o por thermospray, FAB, CI desorción, sonda de inserción directa, GC de columnas capilares o empaquetadas- hacen del MS HP Engine un sistema extremadamente versátil. El sistema ha sido diseñado para que se le puedan incorporar nuevas prestaciones conforme éstas vayan apareciendo.

El MS HP Engine es adecuado para la LC/MS. La fuente "thermospray" recientemente diseñada con nuevas técnicas incluye nuevos electrodos de fragmentación y descarga, lo que aumenta la sensibilidad y la fragmentación y aumenta el rango de compuestos que pueden ser analizados por este método.

Por otra parte la segunda generación del sistema de haz de partículas de HP, en combinación con el MS Engine de HP ofrece una sensibilidad en LC/MS diez veces superior a la ofrecida por el sistema de haz de partículas anterior. El nuevo diseño del nebulizador ofrece mayor sensibilidad para aquellos compuestos que eluyen en unas fases móviles muy acuosas; las nuevas válvulas de seguridad evitan que los disolventes pasen al espectrómetro de masas en el supuesto de un fallo eléctrico; y las tuberías resistentes a la corrosión permiten operar con amoníaco en CI. Un mejor rendimiento de la operación CI negativa, permite realizar el análisis de productos farmacéuticos a niveles de trazas y otros compuestos detectables por CI.

Ambos sistemas, thermospray y haz de partículas, pueden operar con los HPLC de las series HP 1050 y 1090 y el nuevo sistema MS.

El sistema X Windows es una marca registrada del Massachusetts Institute of Technology.

LOS MODULOS DE HPLC HEWLETT-PACKARD SERIE TITANIO RESISTEN LA CORROSION

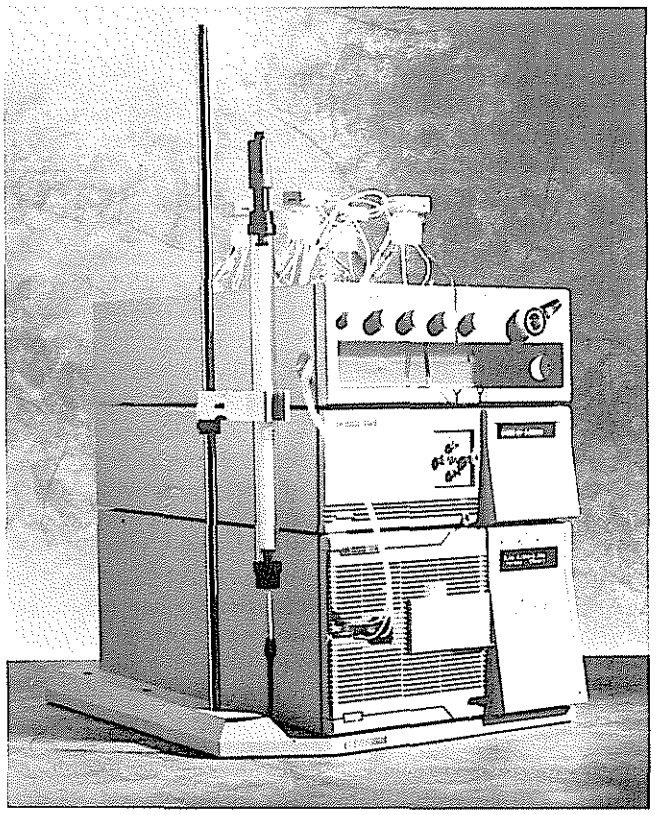
Muchas separaciones químicas, como la purificación de proteínas y la cromatografía iónica, necesitan el uso de fases móviles agresivas. Para satisfacer estas necesidades, Hewlett-Packard anuncia una ampliación de su gama de equipos HPLC modular, la serie HP 1050Ti.

La nueva serie incluye una bomba isocrática, una cuaternaria, inyector manual, inyector automático y detector de longitud de onda variable. En los módulos HP 1050 Serie Ti las piezas de aleación de titanio sustituyen a las convencionales de acero inoxidable.

La aleación de titanio utilizada, Grado 7 de la ASTM, proporciona mayor resistencia frente a los disolventes corrosivos, como el ácido fórmico.

La serie HP 1050 Ti ha sido diseñada para aplicaciones tales como investigación biológica, en donde los modos de operación cromatográfica pueden incluir el intercambio iónico y la interacción hidrofóbica; la purificación de proteínas hidrofóbicas que puede requerir de ácido fórmico en la fase móvil; la purificación de material activo biológicamente donde la exposición a iones hierro podría inactivar las enzimas objeto de estudio; y la cromatografía iónica, en

la que pueden necesitarse altas concentraciones de sal para alcanzar una selectividad de columna suficientemente alta



La aleación Grado 7 ASTM utilizada en la Serie HP 1050 Ti contiene 0,2% de paladio, lo que evita las fracturas que conlleva la corrosión del titanio puro. Todas las demás piezas en contacto con los disolventes son de zafiro, rubí, oro, tantalo o polímeros fluorocarbonados, con lo que se mantiene la gran resistencia a la corrosión de todo el sistema.

Los módulos de la Serie HP 1050 Ti tienen un precio hasta un 15% superior al de la versión de acero inoxidable, dependiendo del número de piezas sustituidas por las de titanio. El usuario puede beneficiarse, sin embargo, de unos costos de mantenimiento más bajos, dada la gran resistencia del titanio.

IMPORTANTES PRESTACIONES INCORPORADAS EN LOS HPLC HP-1090

En los HPLC HP 1090, que ya gozaban de una posición de liderazgo dentro del mercado, se han introducido una serie de significativas mejoras, con lo que estos instrumentos pasan a denominarse a partir de ahora HP 1090 Serie II.

Las mejoras introducidas en el HPLC 1090L Serie II simplifican su operación y aumentan su productividad. Todas las funciones son controladas a través del teclado que el instrumento lleva incorporado. En operación automática se puede realizar una calibración periódica con los patrones, lo que hace que el equipo resulte particularmente adecuado para aquellos laboratorios en los que se ha de analizar un gran volumen de muestras con métodos establecidos.

Las mejoras más importantes del HP 1090M Serie II han sido pensadas para aumentar la sensibilidad y agilizar el desarrollo de los métodos analíticos. La sensibilidad y selectividad del detector de diodos (DAD) han sido potenciados y los usuarios pueden variar la anchura de las bandas ópticas en el sistema óptico del DAD para aumentar aún más la selectividad. En análisis de trazas se puede utilizar la celda de flujo con mayor longitud de paso para aumentar así la señal. Un nuevo software de automatización y un nuevo sistema de suministro de disolvente cuaternario aumentan la velocidad y la flexibilidad del HP 1090M Serie II cuando se están desarrollando y comprobando métodos.

La ChemStation HPLC (serie Pascal) que controla el HP 1090M Serie II puede ahora ser conectada a través de una red local (LAN) con otros sistemas de automatización de laboratorio (LIMS) o con otros computadores.

El software foreground/background permite al usuario trabajar interactivamente con datos cromatográficos y espectrales mientras el instrumento adquiere y controla, simultáneamente, los datos procedentes de otros análisis, lo que aumenta de forma significativa la productividad del laboratorio.

Ambos modelos, HP 1090L y HP 1090M Serie II han sido diseñados para lograr la máxima eficacia con las columnas de tamaño estándar y para cumplir con los requerimientos, tan estrictos, de la cromatografía de líquidos de baja dispersión. Las columnas de alta velocidad agilizan los análisis reduciendo su tiempo a un tercio del normal; la automatización aumenta aún más la productividad. Las columnas "microbore" mejoran las posibilidades de detección y reducen el consumo de disolventes hasta en un 80%.

Ambos modelos disponen de una gama completa de módulos de detección entre los que elegir, y que, alojados en un único equipo principal, están todos ellos basados en la ya probada tecnología de la Serie HP 1090.

Hucoa-Erlöss s.a.

Dionex representada en España por Hucoa-Erloss, S.A., lanza al mercado un nuevo detector y nuevas columnas.

- Detector electroquímico de pulsos, P.E.D.:

Este detector combina conductividad y amperiometría, ofreciendo un completo sistema de detección para compuestos no cromafóricos. Los compuestos detectados con el P.E.D., incluyen aniones y cationes inorgánicos, ácidos orgánicos, aminas (incluyendo cuaternarias), carbohidratos, oligosacáridos de glicoproteínas, drogas, alcoholes, aldehidos, sulfuros y cianuros.

Otras posibilidades de medida con el P.E.D. son: voltometría cíclica, amperiometría DC, pH y temperatura.

- Columnas OMNIPAC:

Dionex ha desarrollado una nueva serie de columnas OmniPac (aniónicas y catiónicas), que combinan los mecanismos de separación de fase reversa, par iónico y cambio iónico, en un único material de empaquetamiento.

Este nuevo relleno de las columnas es un polímero, estable en todo el rango de pH y compatible con todos los disolventes comúnmente usados en fase reversa.

Con esta nueva serie de columnas se pueden separar, en una sola inyección y con una única columna, muestras con compuestos orgánicos (iónicos y neutros) e inorgánicos.

- Columna de cationes, IonPac CS10:

Con esta nueva columna y con la nueva supresora química de micromembrana CMMS-II, se pueden analizar alcalinos, alcolinotérreos y amonio isocráticamente, en una sola inyección, en menos de 15 minutos.

Esta columna es compatible con los disolventes orgánicos que se usan normalmente en HPLC, lo que permite analizar muestras de matrices complejas que pueden destruir otras columnas iónicas. Con esta columna se puede analizar aminas orgánicas y cationes inorgánicos en una sola inyección.

KONIK INSTRUMENTS, S.A

Especialistas en cromatografía y técnicas afines
Specialists in chromatography and ancillary techniques

a) CROMATOGRAFIA DE GASES

- La necesidad de un equipo de cromatografía de gases, sencillo, sin grandes sofisticaciones pero robusto y fiable, Konik pretende satisfacer con la versión de bajo costo de cromatógrafo KNK-3000. Precios desde 970.000 pesetas instalado y con un año de garantía completa.

- Konik incorpora en el KNK-3000 HRGC un nuevo inyector multimodo, totalmente versátil optimizado para el análisis selectivo. El sistema de purga de septum programada permite mantener un flujo de inyección total constante mientras se programa la apertura/cierre de la purga de septum.

- El estudio de metabolitos marcados isotópicamente (^{12}C, o ^{3}H), ahora es posible mediante el detector de radiactividad KNK-319-704 perfectamente optimizado para el análisis capilar. Solicite folleto y aplicaciones.

La aplicación de la cromatografía de gases al análisis medioambiental está perfectamente resuelta mediante dos productos estrellas:

- Concentrador de "Purge & Trap" Tekmar LSC-2000 óptimo para el análisis de componentes volátiles en diferentes matrices. Equipo homologado para el desarrollo de métodos EPA y

- Columnas capilares J&W Scientific, firma líder en este sector con columnas únicas y productos específicos para los métodos analíticos de la EPA. Nuevo catálogo a su disposición.

b) CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS HPLC

- Nuevo detector de barridos espectrales

Desde la introducción de los detectores de fotodiodos han quedado patentes las ventajas inherentes a la obtención de espectros de los eluidos para la determinación de la pureza de los picos, así como la optimización de la sensibilidad por elección de la máxima absorbancia, sin embargo el alto costo de estos detectores, la baja sensibilidad de los fotodiodos, pérdida de resolución y las reacciones fotoquímicas que pueden producirse por el alto nivel de energía que se aporta a las cubetas de estos detectores, obligan a satisfacer las necesidades del mercado por una vía alternativa: la utilización de un sistema óptico directo conjugado con un control preciso de la posición y movimiento del monocromador unido a un sofisticado sistema de tratamiento de la señal. Estas innovaciones permiten que el detector de barridos espectrales UV-VIS KNK-029-206 posea una sensibilidad inmejorable (0.0005UAPFS), un rango espectral completo (190-800 nm), facilidad de manejo, celda de lectura accesible y optimizada para cada aplicación (C2E, microbore, biocompatible, preparativa). Con un potente paquete de tratamiento de datos que permite entre otras: cromatogramas en 3D, resta, cociente, normalización, primera y segunda derivadas de espectros y cromatogramas... Solicite nuevo folleto.

Detector de radiactividad para HPLC mod. KNK-029-800

Para análisis de biomoléculas con marcadores isotópicos. Sensible a todas las especies con emisión beta o gamma. Permite conjugar la especificidad de las técnicas de marcaje radiactivo con la potencia de análisis de las técnicas HPLC.

Niveles de detección del orden de 1000 DPM. Lectura simultánea con salida independiente para H^3 y C^{12}. De especial interés en estudios de biología molecular, genética molecular, estudios biofarmacéuticos, distribución, metabolismo..., enzimología.

El innovador diseño del detector de fluorescencia KNK-029-450; este detector revoluciona el campo de la detección fluorométrica en HPLC. Dos monocromadores actuados por servomotores controlados por microprocesador con función de autocalibrado de la longitud de onda, función de barridos de excitación y emisión y almacenamiento en memoria. Celda de lectura de 3,5 µl totalmente accesible para inspección y limpieza. Utilización de lámparas de Xenon-Flash.

Sistema único de haz de referencia para minimización de ruido. Tratamiento digital de la señal, memoria para cromatogramas. Programación sencilla mediante menú secuencial. Archivo de métodos. Aplicaciones y folletos a su disposición.

c) TRATAMIENTO DE DATOS BASADO EN PC

En el proceso de modernización y automatización de su laboratorio, por el precio de un integrador convencional, Konik le ofrece la posibilidad de automatizar el tratamiento de sus datos cromatográficos mediante el paquete de software Masterlink sobre entorno Windows compatible con GC, HPLC o HRGC.

Todas las posibilidades de visualización, comparación, integración, cuantificación, por varios métodos, reporting, plots, etc., independientes para cada canal (detector).

Sistema básico de bajo costo para dos canales, ampliable a 4 sobre 80286 o hasta 8 canales independientes sobre 80386.

Solicite de mostración.

d) ESPECTROMETRIA DE MASAS DE ALTAS PRESTACIONES

Las ventajas inherentes de los equipos de espectrometría de masas de campo magnético, tales como el cálculo magnético, tales como el cálculo exacto de

masas que permite alta resolución, su alta sensibilidad y el alto rango de masas (superior a 10.000), permite abordar temas no resolubles o alcanzables con los equipos cuadrupolares.

El nuevo VG Autospec, totalmente automatizada y tan fácil de utilizar como los cuadrupolos, de geometría patentada EBE, trisector, sintetiza la experiencia de nuestra representada VG Analytical y justifica su posición de liderazgo. Solicítenos nuevos catálogos y hojas de aplicaciones.

Si está interesado en equipos magnéticos de bajo costo tipo VG TS 250 o cuadrupolares de sobremesa solicítenos información.

e) COMPONENTES DE VACIO

Edwards se identifica, desde siempre, con la máxima calidad en tecnología de vacío. Las características exclusivas de sus bombas y vacuómetros, su durabilidad, fiabilidad y resistencia los hacen los más preciados tanto en la industria, por la mejora de los procesos y disminución de costos, como en los laboratorios de investigación donde se requieren las máximas prestaciones. Por ello, la mayoría de las marcas más prestigiosas de instrumentación científica incluyen bombas rotativas, difusoras, turbomoleculares criogénicas, vacuómetros y controladores de vacío Edwards. Nuevo catálogo.

Edwards ha reemplazado las tradicionales abrazaderas de aluminio por los modernos "Hinged & Swing Clamps" de polímeros de alta tecnología, y ha renovado sus prestigiosas juntas Co-Seal por las nuevas Co-Seal con soporte de polímeros de alta tecnología. Ello permitirá mejorar las prestaciones de los conectores y ofrecer precios muy competitivos.

Las revolucionarias bombas Drystar, las más fiables y duraderas del mercado de bombas secas y las más vendidas en USA y Japón complementan su rango con las nuevas Drystar de 40 m^3/h y aumentan su número de aplicaciones en la industria química. Las Drystar montadas verticalmente resuelven los problemas de recuperación de disolventes. Solicite folletos.

Las bombas difusoras Diffstack continúan liderando el mercado por su excelente limpieza conseguida gracias al baffle y válvula de alto vacío integrado que simplifican los sistemas de vacío y reducen los precios.

Para aplicaciones de alto y ultra alto vacío ultralimpio, Edwards ofrece el sistema de bombeo "limpio y seco", basado en las Turbo Maglev de levitación magnética y la Drystar.

Pensando en la cada vez mayor necesidad de detección de fugas en los laboratorios modernos, donde conviven en proximidad múltiples equipos de alto y ultra alto vacío, Edwards ha introducido recientemente los nuevos detectores portátiles de fugas Spectron 300E. Los Spectron 300E, que tienen doble sistema de bombeo, no usan nitrógeno líquido y permiten detectar fugas entre 4.000 y $4x10^{-10}$ mbar l/s. Complementan al detector de fugas Spectron 3000 y la línea de detectores industriales de fugas automáticos y semiautomáticos. Solicite nuevos catálogos.

Konixbert mantiene existencias de los principales productos de Edwards, así como de materiales rungibles (conexiones, aceites y recambios) y pone a su disposición su especializado equipo técnico.

f) LIOFILIZACION

Durante muchos años ha habido la necesidad de un liofilizador de pequeña capacidad, fácil manejo y mantenimiento, pequeño tamaño y total versatilidad en cuanto a los recipientes a usar. Todo esto a un precio reducido. El micromodulyo: 1,5 kgr, -50 ºC; con un precio excepcional, sin comprometer la calidad de la primera empresa en el mundo en ingeniería del vacío. Edwards, cumple con este propósito.

Las gamas Modulyo: Micromodulyo, Modulyo y Supermodulyo, ofrecen un amplio rango de liofilizadores de laboratorio. Con capacidad desde 1.5 kgr, 4 kgr, hasta 12 kgr. Configurados según el tipo de recipiente a liofilizar. Minifast y lioflex. Para producción piloto, cuando es necesario un estricto control del proceso. Solicite minicatálogo de la línea.

Konik Instruments, S.A.

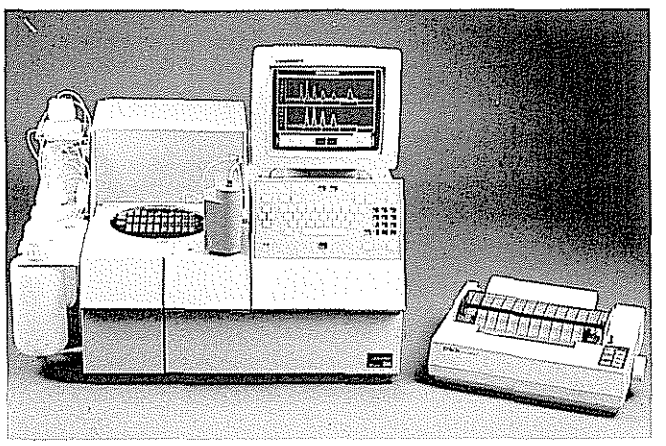
Ctra. Cerdanyola, 65-67, 08190 Sant Cugat del Vallés (Barcelona). Tel. (93) 674 32 50. Fax (93) 674 41 50.

Rosario Pino, 18, 28020 Madrid. Tel. (91) 571 67 84. Fax (91) 571 78 85.

Avda. del Puerto, 79, 12 pta., 46021 Valencia. Tel. 362 26 04

PERKIN-ELMER

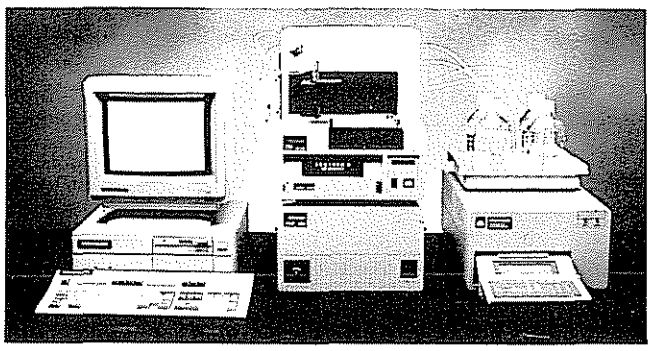
NUEVO CROMATOGRAFO DE LIQUIDOS INTEGRAL 4000



- Bomba cuaternaria.
- Detector de fotodiodos de alta sensibilidad.
- Horno para columnas.
- Inyector automático de 109 posiciones.
- Tratamiento de cromatogramas y espectros ultravioleta mediante software Nelson.
- Control total del instrumento mediante un único teclado.
- Seguridad en la validación de resultados.
- Cumplimiento de las GLP's, GMP's y SOP's.
- Confirmación automática de identificación y pureza de los picos cromatográficos.
- Limpieza y desconexión automática programable.

Resumiendo: ¡le asegura la idoneidad del sistema analítico!

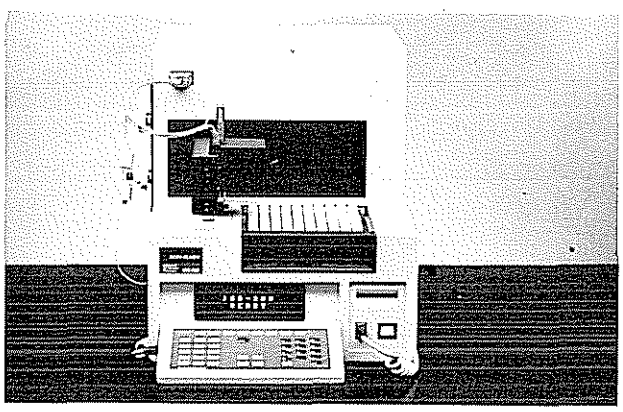
NUEVO SISTEMA EXPERTO PARA DESARROLLO DE METODOS "LC ANALYST"



- Sistema modular equipado con los mismos componentes que el Integral 4000.
- Sistema de desarrollo de métodos controlado por PC.
- Programa de ayuda para elegir las condiciones iniciales de trabajo conocida la naturaleza de la muestra a analizar.
- Programa de simulación de cromatogramas en condiciones isocráticas y en gradientes.
- Programa de optimización de disolventes. Permite seleccionar la mejor composición de hasta cuatro disolventes, mostrando gráficamente las concentraciones óptimas.
- Validación del método cromatográfico, estudiando la influencia de pequeñas variaciones sobre los resultados.
- Programa para representación gráfica y tratamiento de espectros ultravioleta con el fin de confirmar la identificación y pureza de los picos.

Es, en otras palabras, la herramienta ideal para el investigador en cromatografía líquida.

NUEVO INYECTOR AUTOMATICO DE MUESTRAS ISS-200



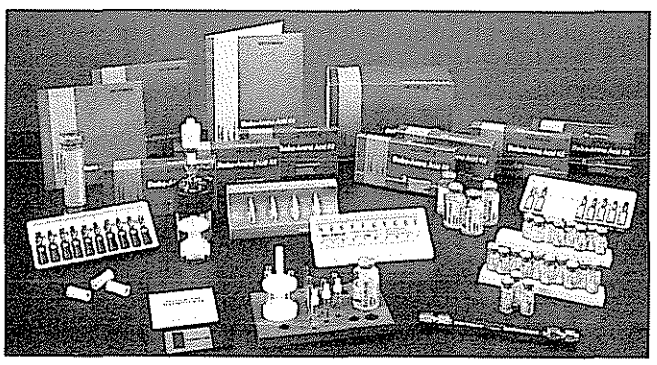
- Máximas especificaciones de precisión, exactitud y repetibilidad.
- Programa de acceso aleatorio.
- Compatibilidad con cualquier equipo de LC.
- Derivatización automática pre y postcolumna.
- Mezclado automático para dilución de la muestra.
- Secuencias automáticas de calibración.
- Inyecciones múltiples y a volúmenes diferentes.
- Cumplimiento de las GLP's.
- Seis tipos diferentes de bandejas portamuestras.
- Conexión opcional a PC y la exclusiva herramienta de programación "tarjeta de usuario", donde cada usuario puede tener sus propios métodos.

Interesado, llame a:
Barcelona, (93) 212 22 58, señor Martínez.
Bilbao, (94) 447 10 21, señor Mantecón.
Gijón, (985) 34 27 05, señor Mendoza.
Madrid, (91) 734 04 00, señor Malillos.
Santiago, (981) 23 74 00, señor Blasco.
Sevilla, (95) 445 84 28, señor de la Matta.
Valencia, (96) 325 17 52, señor La Cruz.
Zaragoza, (976) 23 74 00, señor Llima.

BECKMAN

DABS - Amino Acid Analisis Kit.
La solución al análisis de aminoácidos por fase reversa.

Este kit está dirigido a los investigadores que buscan incrementar la velocidad y sensibilidad que no encuentran en las técnicas tradicionales de análisis de aminoácidos.



El DABS Amino Acid Analisis Kit, de Beckman, aporta relevantes ventajas en el análisis cuantitativo de aminoácidos al nivel del picomol, en hidrolizados de proteínas o en el análisis de aminoácidos libres.

Este kit incluye todos los reactivos y material preciso para microhidrólisis y derivatización, eliminando los problemas típicos de otras técnicas precolumna, con una tecnología probada y garantizada. Los DABS-Aminoácidos, son estables a la temperatura ambiente durante semanas. La detección se realiza en el visible minimizando interferencias originadas por tipo de muestra, solventes, o contaminantes que pueden dar problemas en la detección por UV o fluorescencia. Y el método es aplicable tanto a aminoácidos primarios como secundarios.

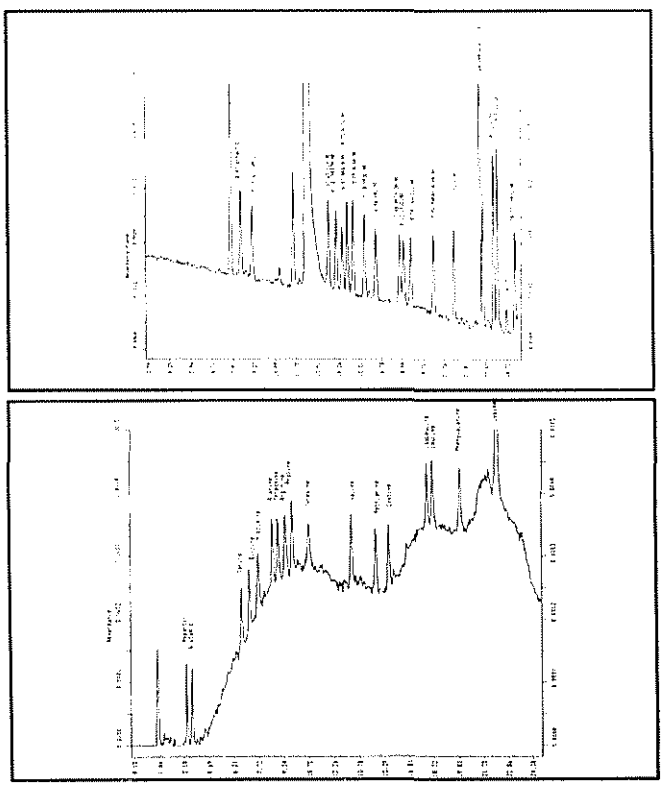
El kit proporciona una metodología de análisis reproducibles entre inyecciones y entre laboratorios. Incluye tampones y reactivos de derivatización especialmente preparados para efectuar tanto la hidrólisis como la derivatización, estándares de aminoácidos, material de vidrio libre-de-aminoácidos, una columna especial Ultrasphere-DABS, unidad de hidrólisis en fase gaseosa, estación de trabajo y soporte de viales para preparación de la muestra, test de muestras derivatizadas, fichas de método de trabajo por etapas, manual de instrucciones y un diskete de aplicaciones System Gold, que incluye condiciones cromatográficas, cromatogramas de referencia y curvas de calibración.

Permite la realización de 240 muestras con el material incluido inicialmente, estando disponibles en

almacén todos los repuestos y reactivos para el suministro inmediato de los mismos.

El DABS-Aminoacid Analisis Kit está especialmente pensado para los HPLC "System Gold", de Beckman, siendo aplicable a otros equipos de HPLC.

Sensibilidad y detección en el visible. El poder detectar en el rango del visible significa menos interferencias de la muestra y menos deriva en línea base, elevando la sensibilidad y abaratando el costo de los solventes. En los presentes cromatogramas se comparan los resultados al nivel de 1 pmo 1 de cada aminoácido entre la metodología DABS de Beckman (arriba) y la obtenida con PITC -fenifisiotiocianato- (abajo).



Pida hoy información sobre el DABS-Amino Acid Analisis Kit y la gama de HPLC-Beckman System Gold.

CES analítica

CARLO ERBA INSTRUMENTS ACABA DE LANZAR AL MERCADO EL NUEVO DUALCHROM 3000 SERIES

El primer sistema totalmente automático de HPLC-HRGC en línea

Durante las pasadas dos décadas, una cantidad considerable de energía y recursos han sido destinados al desarrollo de las dos técnicas principales en el campo de la ciencia de la separación: HPLC y cromatografía capilar (HRGC).

Se han llevado a cabo grandes mejoras en varias áreas incluyendo velocidad cromatográfica, eficacia, reproducibilidad de los resultados cuantitativos y en automatización.

Hoy en día estas técnicas, son ampliamente usadas en muchos procedimientos analíticos para la separación y detección finales, están completamente desarrolladas y no es de esperar espectaculares avances posteriores en cualquiera de ellas individualmente.

Por otra parte, casi se ha dejado de lado el área igualmente importante de la preparación de muestra, usándose todavía métodos bastante primitivos.

Así, mientras los tiempos de análisis en HPLC o HRCG se suelen medir en minutos o incluso en segundos, la preparación de la muestra todavía puede llevar horas o incluso un día completo, particularmente en análisis que involucren matrices complejas.

Sin tener en cuenta las razones, permanece el hecho que muestras muy complicadas rara vez pueden ser analizadas directamente por un simple método cromatográfico, incluso usando CG capilar con su excepcional resolución, a causa de la compleja composición de la muestra. Como resultado, el pretratamiento de la muestra, que incluye preseparación, limpieza y/o enriquecimiento, llega a ser un requisito vital para un análisis con éxito.

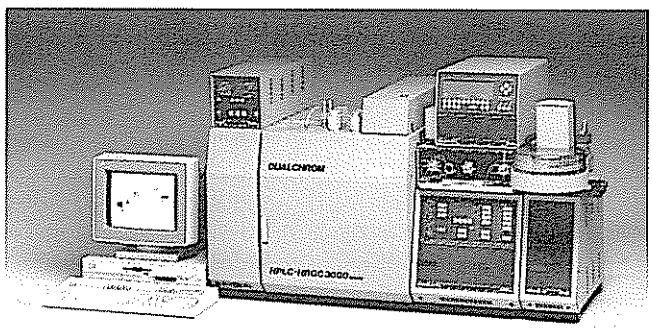
Hasta ahora los procedimientos estándar tales como el uso de la partición líquido-líquido y cromatografía sobre columnas convencionales LC o platos preparativos TLC han mostrado eficacias de separación pobres o han sido de una intensa labor (e imposibles de automatizar) y por tanto caras.

Otro importante factor limitante de las técnicas off-line está representado a menudo por una disponibilidad restringida de los métodos de preparación de muestras eficientes que impiden las mejoras de límites de detección más bajos y en correspondencia una disminución de los costos de análisis.

La combinación de HPLC y HRGC en línea, por otra parte, proporciona una separación inicial mediante HPLC, usando tanto una columna simple o una combinación de diferentes columnas para aislar los compuestos de interés y posteriormente una separación en el cromatógrafo de gases con columna capilar aprovechando la alta eficacia y sensibilidad que ofrece la HRGC.

La combinación en línea de estas dos poderosas técnicas, permite que la preparación de muestra sea integrada con la etapa final cromatográfica y la completa automatización del procedimiento analítico en su totalidad. Esto no sólo reduce la labor del operador considerablemente sino que también incrementa la exactitud, reproducibilidad, sensibilidad y productividad del laboratorio. Teniendo todo esto presente, Carlo Erba Instruments desarrolló y ha hecho posible el nuevo Dualchrom 3000 Series.

El Dualchrom 3000 Series consiste en una doble bomba de jeringa Phoenix 30, para eluciones en gradiente, un sistema multidimensional de inyección y conmutación que permite una completa automatización de los pasos de inyección y preseparación; dos sistemas de interfase: On-Column, que utiliza la técnica de retención gap y un loop, que utiliza la técnica de evaporación el disolvente en corriente; el detector Uvis 20 con doble longitud de onda y capacidad de detección de picos; un sistema HRGC con unidad de control para automatización de las secuencias de



inyección y transferencia GC; y un ordenador con software incluido para controlar todos los componentes del sistema y permitir el desarrollo del método. La automatización llega incluso a controlar el flujo y composición de la fase móvil en relación a la interfase GC y las condiciones cromatográficas.

Para más información dirigirse a:

Ces Analítica, S.A., c/Sepúlveda, 6, Pol. Ind. de Alcobendas, local 45C, 28100 Alcobendas (Madrid), tel. (91) 651 84 11 - 651 80 90 - fax (91) 651 93 40.

Providencia, 152, tel. (93) 214 54 69 - 210 02 53, fax (93) 213 26 91, 08024 Barcelona.

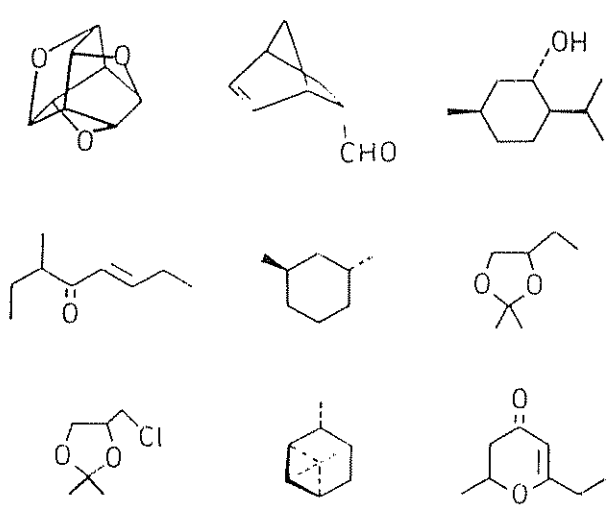
CHROMPACK

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

NUEVA COLUMNA QUIRAL

Chrompack ya viene ofreciendo en su catálogo, tres columnas capilares para separaciones de isómeros ópticos. Estas columnas son las chirasil de 25 m y de 50 m, especialmente indicadas para la separación de aminoácidos, aminas, aminoalcoholes, chiralalcoholes, azúcares, etc.

Ahora, una nueva fase estacionaria llamada CP-cyclodex-236-M es capaz de separar muchos isómeros ópticos que hasta ahora no se podían separar.

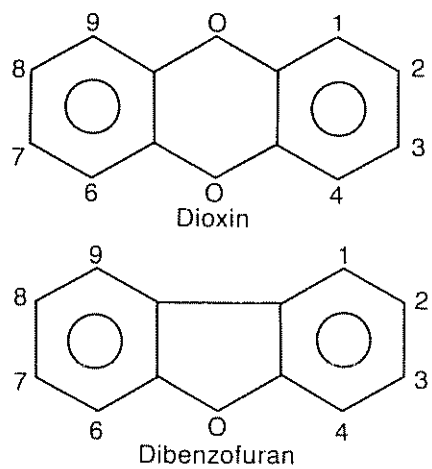


Debido a su alta inercia, es posible separar compuestos sin necesidad de derivatizar, desde hidrocarburos cíclicos apolares hasta dioles de alta polaridad, separando isómeros ópticos y no ópticos de diferente funcionalidad. Presenta además una alta estabilidad química y viene pretextada y garantizada para estas aplicaciones.

ANALISIS DE DIOXINAS Y DIBENFURANOS

La nueva columna capilar de Chrompack de 50 m de CPSil 88, presenta la mayor polaridad del mercado y tiene una específica selectividad para el análisis de dioxinas, sustancias tristemente célebres a partir del accidente en la fábrica de la localidad italiana de Seveso en 1976.

Generalmente dos son los grupos de interés: las policlorodibenzo-p-dioxinas y los dibenzofuranos, siendo una de las más tóxicas la 2,3,7,8,-Todd. Todos estos compuestos son perfectamente detectados con la citada columna.



NUEVO ANALIZADOR DE GAS CP-2001

Este nuevo analizador de gases de Chrompack, es portátil, de pequeño tamaño, permitiendo el análisis de gases "in situ", con una gran rapidez (medio minuto) y a niveles tan bajos como 1 ppm con una sensibilidad mejor que cualquier otro detector de TCD del mercado. Campos de aplicación son: análisis ambiental, análisis de gas natural, industria petrolífera, etc.

IZASA

NUEVA SERIE DE SHIMADZU DE HPLC MOD. LC-9A

La firma japonesa Shimadzu acaba de introducir con gran éxito la nueva bomba de HPLC mod. LC-9A, nueva bomba que reúne todos los requisitos exigibles en un sistema de HPLC. Se trata de una bomba de doble pistón con un volumen de tan sólo diez µl. Su extremadamente baja pulsación y el amplio rango de bombeo, desde 1 a 9.999 µl/min destacan de entre sus características más interesantes. Si sus aplicaciones demandan utilizar columnas

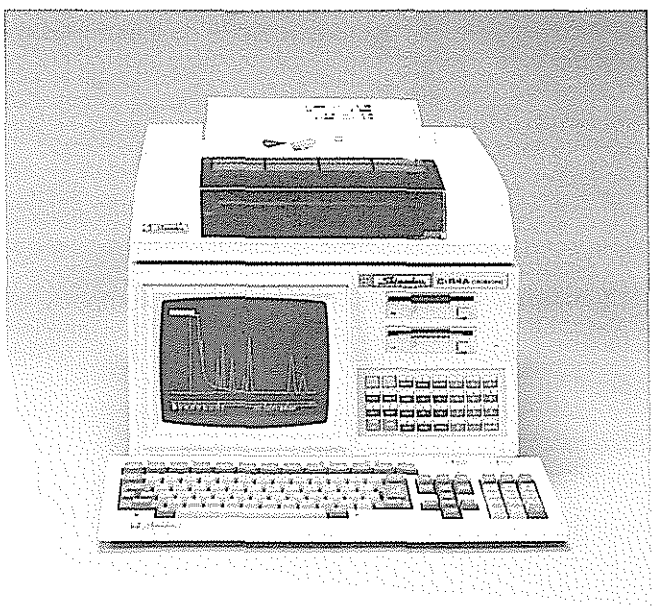
estándar o si para mayor selectividad, se requieren columnas microbore, la bomba LC9A será capaz de trabajar adecuadamente incluso en modo gradiente.

La bomba LC9A con su unidad de control permite efectuar gradientes con hasta cuatro eluyentes en baja presión o controlar una segunda bomba LC9A para gradiente binario lineal a alta presión. Además, el controlador SCL-6B, que puede controlar hasta tres bombas puede integrarse para conformar un sistema automático.

En todas las configuraciones, el gradiente puede programarse reproduciblemente en pasos de 0,1%, prerrequisito necesario para separaciones complejas.

NUEVO PROCESADOR DE DATOS SHIMADZU MOD. C-R4AS

Este nuevo modelo representa la solución para el problema de integrador o PC. El modelo C-R4AS es un integrador de doble canal real y sus datos pueden ser procesador y almacenados en un PC. Este instrumento incorpora disco duro de 20 MB y dos disqueteras para discos floppy, un monitor impresora de alta resolución y teclado alfanumérico completo. El juego de accesorios estándar incluye una interface SCSI y programa convertidor de archivos MS-DOS basado en el probado sistema de trabajo operativo multitarea del C-R4A trabajando desde el disco duro de 20 MB con subdirectorios para mejor soporte, es posible efectuar integración independientes en dos canales.



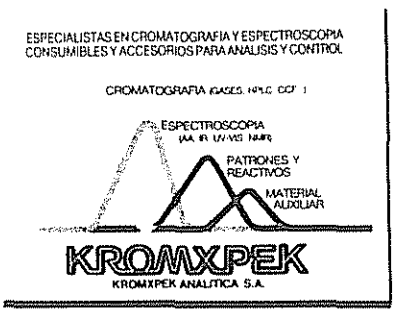
Un potente programa de tiempos (independiente para cada canal) y la posibilidad de efectuar correcciones de línea base a través de sustracción de cromatogramas background en tiempo real se reduce la necesidad de efectuar reanálisis en la pantalla. Este reanálisis ofrece todas las posibilidades concebibles, como expansión, cambios de puntos de determinación de pico, inclusión o extracción de picos, solapamiento de hasta ocho cromatogramas, adición y sustracción de cromatogramas, etc.

Otra posibilidad es la programación libre en Basic, Basic que incluye términos como área, concentración, tiempo de retención, así como comandos especiales como Start, Stop, Wait, Calib, etc... Las funciones Help explican todos los asuntos importantes durante el trabajo con el integrador.

El programa convertido a MS-DOS permite transferir cualquier archivo que contenga datos, cromatogramas a texto entre discos formateados DOS y los de C-R4AS.

Otro programa explicativo permite el establecimiento libre de teclas de funciones de modo que, incluso comandos complejos se pueden ejecutar pulsando una simple tecla. Opcionalmente Shimadzu ofrece el módulo óptico MSS-220 como medio de almacenamiento a largo plazo. Estos discos óptimos tienen una capacidad de 200 MB, cortos tiempos de acceso y facilidad de almacenamiento

Para mayor información contacte con nosotros en Madrid (91) 653 71 99, en Barcelona (93) 425 01 00 o en cualquiera de nuestras delegaciones



Desde estas líneas queremos agradecer a los muchos clientes y amigos que nos confían sus programas de compra, en el área de cromatografía y espectroscopía, tanto en la vertiente de productos consumibles como en instrumentación desde el nuevo concepto que estamos implantando en nuestro país "la ingeniería en analítica instrumental. Un nuevo concepto".

La constancia, la eficacia, el buen hacer y el saber nos han conducido a materializar una serie de ventas e instalaciones de equipos de cromatografía en campos tan dispares como el del sector de bebidas (nitrosaminas) hasta el petroquímico.

De nuestras representadas:

Alltech Associates. Empresa líder en el ámbito comercial del consumible para cromatografía, entresacamos de los varios productos que han ampliado su extensa oferta un nuevo polímero biocompatible para HPLC "Gema". Macroporoso e hidrofílico copolímero del 2-Hidroxietil Metacrilato y el Dimetacrilato de Etileno. Alta estabilidad al pH de 2 a 13. Alta estabilidad química; altamente hidrófilo con muy buena resistencia mecánica.

Scientific Glass Engineering "SGE". Revolucionario cabezal para todo tipo de inyectores de cromatografía de gases, sin septum. Se adapta a cualquier marca y modelo de equipo, "Jade".

Ventajas: No es un septum, no más sangrado, no a los picos fantasmas, absorciones, nunca más fugas, vida ilimitada, resistencia alta temperatura hasta 400º inyector, etc.

Nuevo modelo de jeringa para cromatografía de gases en 5 y 10 microlitros con protección del émbolo para las series tipo N.

Polysil. Nuevo tubo de precisión para HPLC, de sílice fundida con recubrimiento de un polímero fluorado. Se fabrica en diámetro exterior de 1/16" y en los siguientes diámetros interiores en mm. 0.05, 0.10, 0.175, y 0.22. El sistema más inerte para líneas de transferencia y loops. Total flexibilidad.

Phase Sep-Spherisorb. Pionera en partícula esférica para HPLC "Spherisorb" introduce los nuevos tispos:

- **PAH, Spherisorb PAH** con recubrimiento de carbono al 14% eficacia garantizada mínima de 60.000 platos/m. Especialmente indicada para HPLC-MS y HPLC-GC. Alta reprocibilidad en tiempos de retención con error menor al 2% en ventana de tiempo para identificación. **TG, Spherisorb TG** para análisis de triglicéridos con eficacia de 130.000 platos/m. **PC18, Spheisorb PC18** de pH estable, rango de 2 a 13. Octadecyl/C18 con recubrimiento de carbón al 7%. Ventajas: Supresión iónica de álcalis, eficiencia 80.000 platos/m, total estabilidad física, presión límite 7.000 psi.

Están disponibles nuevos catálogos que incluyen todas las últimas novedades, solicítelos.

Restek. Empresa especializada en fabricación de columnas capilares presenta su extensa línea de columnas generales y específicas para análisis de medio ambiente y muchas otras aplicaciones. Homologadas por la EPA.

Rheodyne. Válvulas y accesorios para HPLC. Introduce sus válvulas perfeccionadas y optimizadas libres de superficies metálicas en contacto con la muestra y especialmente indicadas para cromatografía iónica, etc.

Chemical Data Systems "CDS". Nuevo pirolizador serie Pyroprobe 1000 controlado por microprocesador viniendo a contribuir en la mejora tecnológica de los ya populares pirolizadores Pyroprobe 100 y 120.

Anotec. Hemos llegado a un acuerdo con el representante en España Fernández Rapado, de Asturias, para la distribución de las novedosas membranas inorgánicas Anopore, para filtración general y HPLC. Estas membranas superan en especificaciones y ventajas a las de tipo polimérico utilizadas convencionalmente. El origen de esta membrana es la oxidación anódica de una lámina de aluminio, obteniendo una trama tipo panal de abeja de poros regulares y capilares, con una curva de distribución de los poros extremadamente estrecha.

Muchas otras empresas que colaboran con nuestra organización y que nos ayudan día a día para ofrecerles un mejor y eficiente servicio trabajan con nuestro personal técnico para encontrar la mejor solución a su problema analítico.

Consúltenos, le interesa conocernos.

Kromxpek Analítica, S.A.

Ctra. Cerdanyola, 65-67, 08190 Sant Cugat del Vallés.

Tel. (93) 675 02 44. Fax 675 05 16. Télex 59 199.

lasing, s.a.

DIVISION ANALITICA

Nuestra representada en exclusiva para España, Spectra Physics, ha presentado este año un nuevo estándar en la detección de UV-VIS para HPLC, el detector Spectra Focus.

Este nuevo equipo, basado en la óptica de diseño Forward, tiene unas excelentes prestaciones:

- Muy bajo nivel de ruido $\pm 1 \times 10^{-5}$ AU.
- Deriva 2×10^{-4} AU/h.
- Linealidad 1% a 2 AU.
- Rango de absorbancia desde 0.0005 hasta 3.0 AU.
- Precisión de longitud de onda 0.001 nm.
- Rango de longitud de onda 190 a 800 nm.

Simultáneamente y gracias a su potente software, puede realizar un completo análisis de la muestra inyectada en el sistema cromatográfico:

- Realización de espectros sobre el cromatograma con intervalos de hasta 1 nm.
- Análisis de cromatogramas:
  * Suma, resta y cociente.
  * 1ª y 2ª derivada.
  * Normalización.
  * Representación tridimensional.
  * Superposición y comparación de múltiples cromatogramas.
- Análisis de espectros:
  * Suma, resta y cociente.
  * 1ª y 2ª derivada.
  * Normalización.
  * Superposición y comparación de múltiples espectros.
- Análisis cuantitativo:
  * Integración en tiempo real de hasta 3 longitudes de onda.
  * Reintegración de todos los cromatogramas almacenados.
  * Métodos de trabajo: altura, áreas, estándar interno o externo y normalización.
  * Cálculos estadísticos.
  * Calibración simple o multinivel con ajuste lineal cuadrático o cúbico.
- Control desde el ordenador de todos los equipos conectados al sistema, inyectores automáticos, bombas, etc.

El equipo dispone de tres modos de trabajo:

- Multibarridos de alta velocidad.
- Multilongitud de onda hasta 30.
- Longitud de onda fija, programable en el tiempo.

El software del Spectra Focus trabaja en el entorno Windows lo cual permite un fácil manejo y, gracias al sistema operativo OS.2, puede realizar una función multitarea real.

Para mayor información pueden dirigirse a:

Lasing, S.A.,

Marqués de Pico Velasco, 64, 28027 Madrid.

Tels. 268 08 79/268 36 43/268 29 04. Fax 407 36 24.

MERCK

El continuo crecimiento del número de muestras y el incremento en los costes relacionados con el personal, son razones más que suficientes para que el moderno laboratorio muestre una tendencia cada vez más clara hacia la automatización en HPLC.

Merck, conocedora por su experiencia como usuario de este problema, ha desarrollado dos nuevos modelos de inyectores automáticos: AS-2000 / AS-4000, que satisfacen las exigencias de cualquier tipo de usuario: investigación y/o rutina.

El Autosampler AS-4000 es la respuesta de Merck a aquellos analistas que desean una automatización racional y flexible de todas las etapas relacionadas con el tratamiento de muestras. El AS-4000 pertenece a una clase de inyectores de última generación, que combinan eficazmente la introducción repetitiva de muestras con la robotización de aquellas operaciones individuales que con frecuencia resultan tediosas y son fuente involuntaria de errores.

Así pues, el cromatografista puede elegir método de inyección: convencional o bien recurrir al sistema de inyección "por corte", que minimiza los fenómenos de dilución y aumenta enormemente la reproducibilidad. Combinar diferentes gradillas para inyectar muestras contenidas en todo tipo de recipientes. Reducir la contaminación a límites inapreciables mediante la programación libre de los ciclos de lavado. Utilizar el AS-4000 como estación de pipeteado para la realización de trabajos como: diluciones, adición de patrones y/o reactivos, en definitiva, liberar al personal de tareas tan tediosas para dedicarlo a otras labores. Elaborar métodos de trabajo complejos para derivatizaciones, extracciones, operaciones de mezclado y homogeneización y, todo ello, con una simplicidad única en su género: Diálogo asistido Teach, que permite la creación de métodos al alcance del personal no experimentado en programación.

El AS-2000 es el inyector automático pensado para satisfacer las exigencias del laboratorio de rutina: capacidad; rapidez; reproducibilidad y mantenimiento.

Gradilla con capacidad de hasta cien viales; margen de inyección hasta 400 µl.; muestras de prioridad totalmente programables; contaminación inexistente; método de inyección seleccionable; mantenimiento al alcance del propio usuario, son prestaciones que, estamos seguros, van a llenar las necesidades del cliente más exigentes.

Si desean una información más detallada o una demostración, no duden en ponerse en contacto con nuestras oficinas:

División de Reactivos

Mollet del Vallés: Apartado 47 - 08100. Tel. 93/593 31 04.

Barcelona: Buenaventura Muñoz, 10 bis - 08108. Tel. 93/485 06 59.

Madrid: General Martínez Campos, 41, 3º - 28010. Tel. 91/410 39 12.

MAS NIETO S.A.

INSTRUMENTACION PARA LA CROMATOGRAFIA AMBIENTAL

Los sistemas de detección de gas tóxico son ahora capaces de realizar en campo, tareas que 10 años atrás no hubieran sido posible, siquiera en laboratorio.

La combinación de la detección mediante la fotoionización con la cromatografía de gases en columna de gas capilar ha sido el eje central en el que se ha basado la cromatografía ambiental. El objetivo consiste en lograr la máxima sensibilidad, conservando la sencillez en el funcionamiento.

Este método es ahora empleado extensamente para la detección de compuestos tóxicos transportados por el aire y el agua.

La detección abarca algunas sustancias con umbrales tan bajos como 0,1 ppb (una parte en diez mil millones).

Claros ejemplos de dicha detección son los instrumentos que a continuación comentamos:

El primer tipo de instrumento utiliza el detector de foto-ionización en conjunción con una variante especialmente desarrollada de la cromatografía de gas.

El cromatografo portátil Photovac, modelo 10S, está construido en un estuche de aluminio con un peso aproximado de 12 kg.

No se necesitan conexiones externas ya que la unidad incorpora un depósito de gas comprimido portador (normalmente aire), una batería recargable, una impresora/plotter miniatura y, opcionalmente, un recipiente de mezcla de calibración. Este instrumento es por lo tanto, completamente portátil.

Este cromatógrafo de gas portátil contiene una bombomba de muestreo y un grupo de seis válvulas solenoides miniatura de 3 vías. La bomba inyecta una muestra del aire en un "loop de muestra" de un volumen fijo y utilizando las válvulas adecuadas, esta muestra es introducida en una "pre-columna" con la ayuda del gas portador.

Las columnas utilizadas son generalmente del tipo "Megabore" y se mantienen a temperatura constante en el horno miniatura.

La separación cromatográfica empieza en la pre-columna y el compuesto pasa, en orden de retención, a una segunda columna analítica. Una vez todos los compuestos bajo estudio, han entrado en la columna analítica, el caudal a través de la pre-columna se invierte, desechando los compuestos pesados sin interés. El flujo a través de la columna analítica se mantiene y los compuestos requeridos llegan al detector y aparecen como picos en un trazo analógico.

Los picos analógicos son tratados por el microordenador incorporado. Este anota el tiempo de retención de cada pico y, calcula su área. Al final del análisis, los tiempos de retención y las áreas de los picos se comparan con los valores almacenados en la librería del instrumento y, allí donde hay correspondencia, un pico será identificado por su nombre en la

impresora/plotter así como su nivel en ppm o ppb. Tanto el análisis como la calibración se efectuan automáticamente. Una muestra de calibrante, de concentración conocida, se introduce periódicamente para corregir cualquier deriva del calibrado que pueda haber ocurrido.

El cromatógrafo portátil de gas es por lo tanto capaz de hacer un monitoreo continuo y por sí sólo, haciendo un report de cada análisis individual. Además, una media de todas las lecturas obtenidas de cada compuesto de interés se mantiene y queda periódicamente impresa. El nivel de picos grabado para cada compuesto también queda registrado. Si el nivel de cualquier compuesto dado excede de un límite pre-determinado, el cromatógrafo tiene la posibilidad de disparar una alarma.

También se ha desarrollado un software especifico denominado "Dandi" para trabajar con un ordenador compatible IBM y con el cromatógrafo portátil de gas. El instrumento tiene una salida RS232 en serie que puede ser conectado a cualquier ordenador compatible IBM-PC. Con "Dandi", varios centenares de cromatogramas individuales pueden grabarse en el disco, junto con su interpretación y los datos introducidos. De esta manera, el usuario puede volver después de una larga ausencia, a ojear una serie de cromatogramas que le facilitarán un retrato de alta resolución de todo lo ocurrido, quedando registrado cualquier incidente, que se haya producido y que haya sido causa de una alarma.

"Dandi" también permite el re-formateo de cromatogramas, antes de imprimirlos para proceder a la presentación de un report, permitiendo seleccionar únicamente los análisis relevantes.

Finalmente, "Dandi" es capaz de llevar el control de hasta ocho cromatogramas en un loop secuencial, entregando tabulación automática e impresión de los resultados.

Más recientemente, nuestro grupo ha llevado su experiencia en la miniturización para desarrollar un segundo: un cromatógrafo de área en continuo. Esta unidad extremadamente compacta, aproximadamente del tamaño de un VCR, contiene multi-columnas de cromatografía, una bomba de muestreo y un multiplexor de líneas de gas capaz de analizar hasta 15 diferentes puntos.

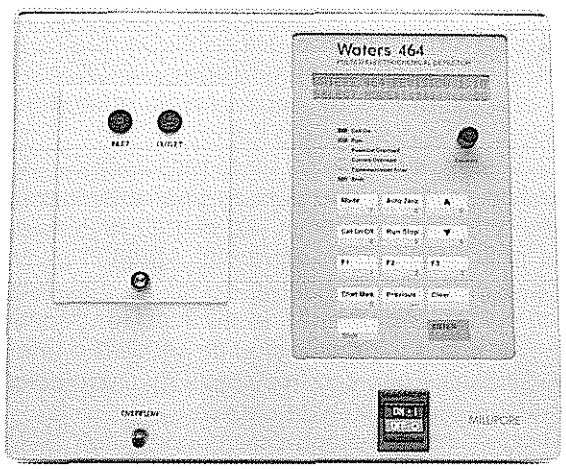
Esta unidad ha sido llamada Aries y es capaz de realizar un control remoto digital completo, utilizando un terminal o un PC-IBM. Los ajustes remotos pueden hacerse con parámetros tales como caudal portador, temperatura del horno, temporizado de válvulas y calibración.

El Aries contiene el suficiente software para suministrar datos tabulados hasta para diez compuestos escogidos, con medias periódicas y niveles punta. Dos niveles de alarma son posibles y la unidad puede conectarse directamente a una impresora.

Mas Nieto, S.A.
Josep Irla i Bosch, 5
08034 Barcelona
Tel. (93) 203 27 08.

Waters
Division of MILLIPORE

NUEVO DETECTOR ELECTROQUIMICO PULSANTE WATERS MOD. 464



El detector Waters 464, amplía las posibilidades de detección en cromatografía líquida debido a su alta sensibilidad y versatilidad en detección electroquímica.

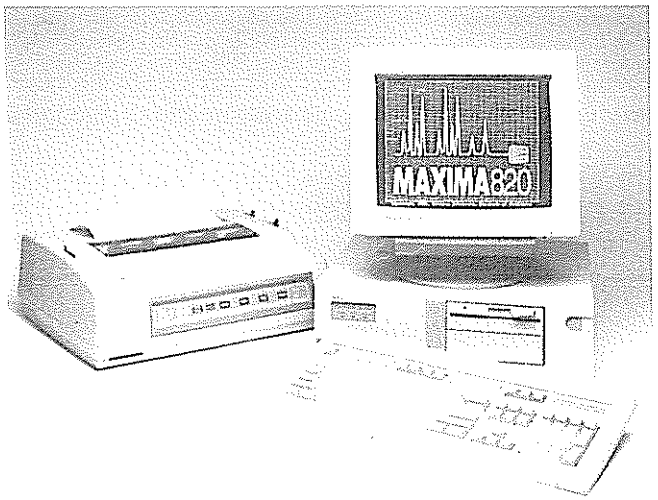
Dispone de tres formas de trabajo: Polarización por corriente continua, pulsante y barrido. Con la polarización por corriente continua el Waters 464 es un detector extremadamente sensible en aplicaciones tales como catecolaminas a nivel del picogramo o determinación de aniones inorgánicos como el sulfito, cianuro o ioduro a niveles de ppb. Usando el modo pulsante es posible la determinación de carbohidratos a nivel del nanogramo. Bajo la forma de barrido el detector efectúa scans de potencial del electrodo de trabajo para determinar si un analito es un buen candidato para la detección electroquímica. La curva resultante de corriente frente a potencial facilita la selección del potencial óptimo para una máxima respuesta o mínima interferencia.

Una pantalla con menús facilita la selección y monitorización de los parámetros de trabajo. Incluye autocero, autocalibración y autodiagnósticos. Una variedad de células y tipos de electrodo aseguran una amplia gama de aplicaciones.

NUEVA VERSION DE LAS ESTACIONES DE TRABAJO MAXIMA Y BASELINE DE WATERS.

Waters ha lanzado recientemente al mercado la nueva versión 3.3 de sus sistemas de proceso de datos cromatográficos Máxima y Baseline.

Esta nueva versión ha sido desarrollada para aprovechar las altas prestaciones de los nuevos ordenadores, con CPU de 32 bits y 16 Mhz., de la serie 80386, ofreciendo la velocidad de cálculo más elevada del mercado.

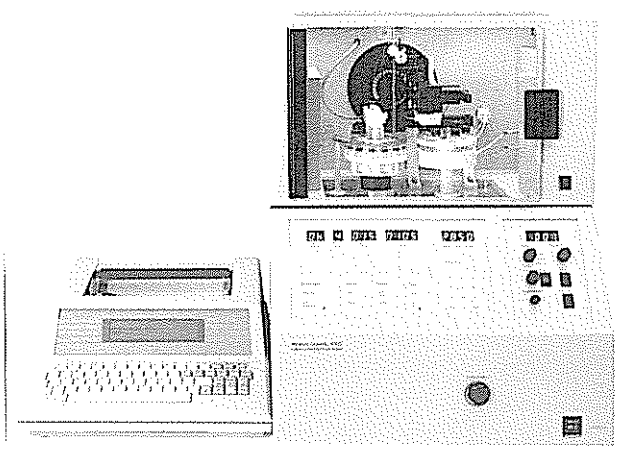


Se ofrece con distintas opciones, que permiten personalizar el sistema, para atender de la forma más eficiente cualquier configuración cromatográfica:

- Adquisición de datos para cromatografía de gases.
- Control y adquisición de datos para sistemas HPLC de formación de gradientes a alta presión.
- Control y adquisición de datos para sistemas HPLC de formación de gradientes a baja presión
- Control muestreadores automáticos
- Control de detectores.

Asimismo se ofrecen dos sistemas básicos, el sistema Baseline que permite la conexión a un único cromatógrafo y el sistema Maxima que permite la conexión simultánea a un máximo de 4 cromatógrafos.

NUEVO SISTEMA DE ELECTROFORESIS CAPILAR WATERS QUANTA 4000



La División de Cromatografía Waters (Millipore) ha iniciado recientemente la comercialización del nuevo sistema de electroforesis capilar modelo Quanta 4000. Esta nueva tecnología de alta eficacia es complementaria a otras técnicas de separación como la cromatografía líquida.

El sistema Quanta 4000, completamente automatizado, permite efectuar varios análisis, con la posibilidad de autopurga para una mayor rapidez en el cambio de tampones y de lavado automatizado del capilar después de cada análisis, para una mayor reproducibilidad.

El Quanta 4000 es compatible con las estaciones de datos de Waters (Maxima y Baseline), e incorpora un detector UV/Vis de alta sensibilidad para la detección de trazas al nivel del picogramo. Esta tecnología combina la alta resolución con un consumo mínimo de muestra lo que le hace el método ideal para aquellas situaciones en que se dispone de una cantidad limitada de muestra.

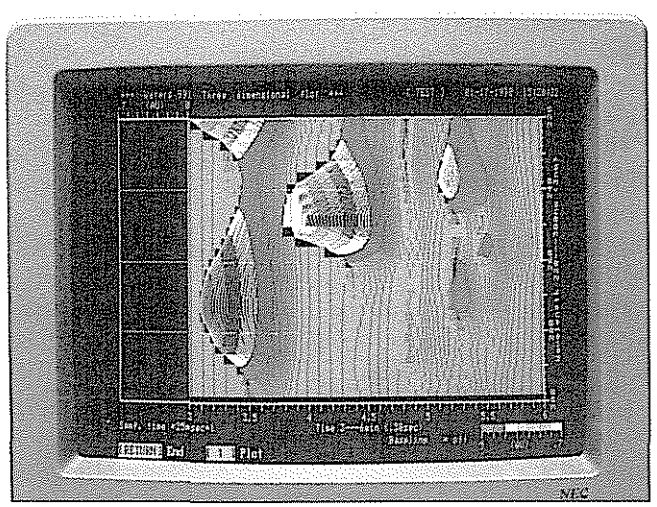
Este nuevo sistema de electroforesis capilar ofrece dos formas de inyección automática; inyección hidrostática e inyección por electromigración. La inyección hidrostática introduce por gravedad, elevando el vial de muestra, una cantidad representativa y reproducible a nivel de los nanolitros; la inyección por electromigración se efectúa aplicando un alto voltaje sobre la muestra y es particularmente adecuada para capilares rellenos de geles. El Quanta 4000 incorpora también un colector de fracciones.

El Quanta 4000 ofrece al usuario una amplia gama de técnicas de separación con una alta reproducibilidad y un fácil mantenimiento. Los parámetros de trabajo tales como tiempo de análisis, tiempo de inyección, voltaje de inyección, voltaje de separación, se pueden preprogramar para cada muestra.

Waters dispone de una amplia gama de aplicaciones efectuadas por electroforesis capilar en el modelo Quanta 4000 tales como separaciones de iones inorgánicos, orgánicos, productos farmacéuticos, enantiómeros con eluyente quiral, péptidos, proteínas, carbohidratos y muestras de DNA.

Para mayor información dirigirse a la oficina de Millipore Ibérica, S.A. más próxima en Madrid, Barcelona o Sevilla.

DETECTOR UV-VIS POR FOTODIODOS PARA CROMATOGRAFIA LIQUIDA WATERS 991



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 991, permiten obtener espectros de gran resolución (1,34 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 cuantificación 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. Asimismo incorpora una rutina para la determinación automática de la pureza de los picos.

La calibración e integración cromatográfica se puede efectuar en hasta 6 canales o longitudes de onda seleccionables. Opcionalmente se pueden integrar hasta 4 señales de otros detectores externos.

El Waters 991 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 991 controlar desde su teclado todos los parámetros cromatográficos del sistema HPLC.

Para mayor información dirigirse a la oficina Waters más próxima.

Millipore Ibérica, S.A.
Avda. Llano Castellano, 13, 3º
28034 Madrid
Tel. (91) 729 03 00
Entenza, 28, entlo.
08015 Barcelona
Tel. (93) 325 96 16.

SUGELABOR, S. A

Suministros Generales de Laboratorio

NUEVAS INSTALACIONES. MEJORES SERVICIOS

En esta ocasión, nos es especialmente grato dirigirnos a ustedes a fin de comunicarles que disponemos de unas nuevas instalaciones con dirección en la calle Sicilia, 36.

En este domicilio está a su disposición un amplio laboratorio con una moderna instrumentación y equipamiento, que junto con un cuadro de especialistas hace que podamos atender sus necesidades en el campo analítico.

Nuestro crecimiento es la respuesta a las exigencias de nuestros clientes que a partir de ahora, es seguro, verán mejorado el servicio.

Además disponemos de un departamento de investigación y desarrollo de reciente creación que, en breve, esperamos empezará a aportar novedades prácticas que aparecerán publicadas. Estén atentos.

INYECTOR AUTOMATICO LS-3200 PARA HPLC

La compra de un inyector automático por un laboratorio con un cierto volumen de análisis representa una de las mejoras inversiones.

El inyector es la llave que permite que un costoso equipo pueda rendir al 100%, incluso trabajar las 24 horas del día.

También descuida al operador que puede emplear su tiempo en la interpretación de los análisis o realizar tareas simultáneas.

El inyector automático LS-3200 que distribuye para España Sugelabor, S.A. une a su bajo costo y facilísimo manejo unas inmejorables prestaciones como son:

- Gran reproductibilidad entre inyecciones.
- Gran fiabilidad.
- Compatibilidad con todos los equipos de HPLC.
- Gran capacidad de análisis: Es posible programar hasta 32 análisis por triplicado posibilitando 96 inyecciones por sesión.

Para mayor información y demostración dirigirse a nuestro nuevo domicilio:

Sugelabor, S.A.
Sicilia, 36, 28038 Madrid
Tel. 501 39 36. Fax 501 39 38. Télex 42 114.

* * *

NUESTRA TRADICIÓN ES EL PROGRESO

Desde 1851 Heinrich Emanuel Merck
garantiza la máxima calidad de sus productos.
Hoy esta garantía sigue siendo nuestro compromiso.

El sistema de instrumentos LiChroGraph® para HPLC
es un producto destacado en nuestra empresa,
marcando la pauta en la HPLC analítca.

Igoda, S.A., Apdo. 47
08100 Mollet del Vallés (Barcelona)

MERCK

nuevo

Cromatógrafo de líquidos Integral 4000

Hoy, la mayor preocupación de los laboratorios analíticos es asegurar la calidad de los datos, haciendo frente a un cada día mayor número de muestras a analizar.
La validación de los procedimientos analíticos proporciona la estructura necesaria para el cumplimiento de cualquier exigencia en la calidad de los datos.
Para aceptar este reto y operar dentro de estos límites de validación debemos asegurarnos de la idoneidad del sistema analítico.

PERKIN ELMER

El integral 4000 está diseñado para aceptar este desafío

28034 Madrid
La Masó, 2
Tel. (91) 734 04 00
Fax (91) 734 76 00
Télex 22 406

08017 Barcelona
General Vives, 25-27
Tel. (93) 212 22 56
Fax (93) 212 60 01
Télex 50 062

48014 Bilbao
Av. del Ejército, 11
Tel. (94) 447 10 21
Fax (94) 476 15 39

46008 Valencia
Buen Orden, 11
Tel. (96) 325 17 52
Fax (96) 325 87 91

41011 Sevilla
Av. Rep. Argentina, 39
Tel. (954) 45 70 22
Fax (954) 45 19 06

18008 Granada
Compositor Ruiz Aznar, 15
Tel. (958) 11 96 12

Zaragoza. Comercial Rafer
Bolonia, 12
Tel. (976) 23 74 00
Fax (976) 21 71 52
Télex 58 252

Gijón. DISMED, S.A.
General Solchaga, 5
Tel. (985) 34 27 05
Fax (985) 35 31 89

Santiago de Compostela. HORTAS
Polígono E. Tambre. Vía Edison
Ciudad del Transporte, nave 86
Tel. (981) 57 20 20
Fax (981) 57 21 28