

Cromatografía y

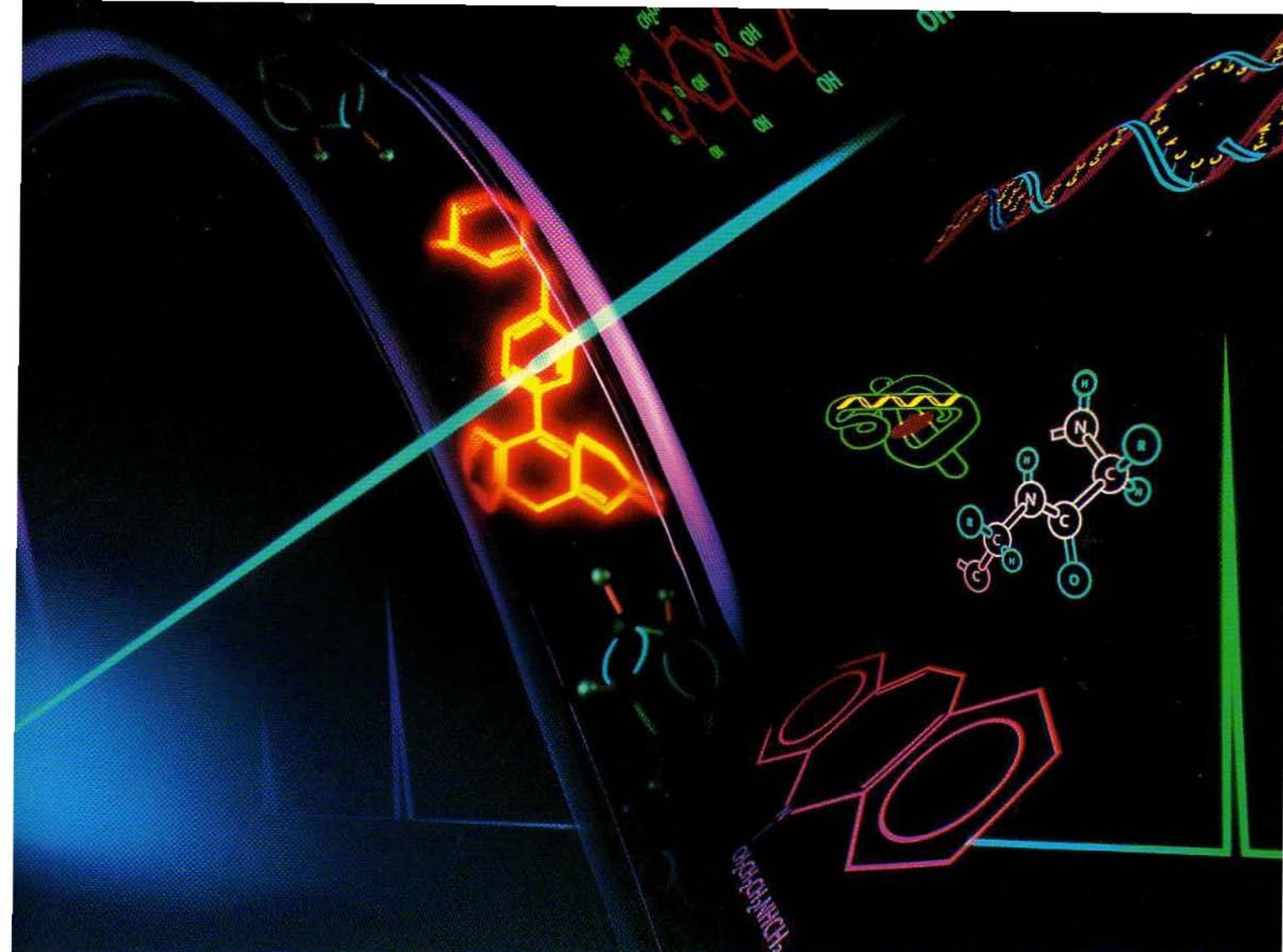
Técnicas

A fines



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

Volumen 15. Núm. 1 (1994)



Introducimos la Detección por Fluorescencia Inducida por Láser
El Sistema de Electroforesis Capilar de Alta Sensibilidad

La Nueva Generación en CE

Abrimos Nuevas Fronteras en la Investigación



El sistema P/ACE LIF ofrece un cambio drástico en las ciencias de separación.

Desde hace tres años, Beckman es el líder en Electroforesis Capilar (CE) con la introducción del Sistema P/ACE 2000 CE. El P/ACE permitía separaciones de muy elevada resolución y rapidez utilizando nanolitros de muestra. Ahora Beckman le ofrece algo revolucionario.

El sistema P/ACE con Detección por Fluorescencia Inducida por Láser (P/ACE LIF) combina el extraordinario poder de resolución de la CE con una sensibilidad sin precedentes, hasta 500 veces superior a la obtenida por detección UV.

La combinación de estas dos características en el Sistema P/ACE LIF nos permite obtener información única y distintiva frente a las principales técnicas de separación.

El Sistema P/ACE LIF es la instrumentación más innovadora para el análisis de fármacos, hidratos de carbono, ácidos nucleicos, proteínas y péptidos.

El nuevo Detector Modular P/ACE LIF se intercambia de forma rápida con el actual Detector Modular P/ACE UV, pudiendo obtener en minutos información de ambos detectores.

Y siempre con la garantía Beckman en aplicaciones, mantenimiento, y soporte total de las necesidades de su laboratorio.

Para ver con esta nueva luz en Electroforesis Capilar, llámenos por teléfono o escribanos a:

BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.
Avda. Llano Castellano, 15 (28034 MADRID) Tel. (91) 358 00 51

BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.
Sabino de Arana, 46-48 (08028 BARCELONA) Tel. (93) 339 97 16

BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.
Virgen de la Estrella, 13 (41011 SEVILLA) Tel. (95) 445 58 17

BECKMAN

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, enero de 1994. Vol. 15, núm. 1

ISSN 1132-1369

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines

(Real Sociedad Española de Química)

ÍNDICE

2 EDITORIAL

ARTÍCULOS

3 Introducción de muestras sólidas en cromatografía de gases: desarrollo y estado actual del método de desorción térmica, *por Joaquín L. Esteban.*

9 Determinación de cromo hexavalente en aguas por cromatografía iónica, *por Sánchez Sánchez, M., Fernández García, M. y Bueno González, D.*

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

12 Artículos de interés

13 Reseña de libros.

INFORMACIONES

15 Calendario de actividades.

NOTICIAS DEL GCTA

19 Próxima reunión.

19 Nuevos socios.

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

25 Análisis de los iones e hidratos de carbono de la miel mediante cromatografía iónica, *por Aguirre M. y Armijo F.*

29 Seminario de los sistemas informáticos en validación y garantía de calidad.

30 Novedades técnicas.

Editora: – Isabel Martínez Castro
Instituto de Química Orgánica General, CSIC
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid - Tel. 562 29 00, ext. 212.

Publicidad: – José Luis Andréu
Instituto de Fermentaciones Industriales, CSIC
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid - Tel. 562 29 00, ext. 219.

Comité Editorial: – J. Sanz, M.J. González, M.D. Cabezado, G. Reglero, I. Katime, C. Gutiérrez Blanco, C. Sáiz y B. Hermosín.

Depósito legal: M-1.902-1975.

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

Editorial

Siempre es grato poder dar una buena noticia y ésta es realmente importante para el Grupo. ¡Lo conseguimos! La reunión internacional de HPLC en el año 1999 se celebrará en Barcelona por decisión unánime del comité permanente, integrado por los doctores F. Erni, G. Guiochon, C. Horvath, J. F. K. Huber, K.-P. Hupe, B. L. Karger, J. J. Kirkland, J. H. Knox, H. Poppe y D. E. Westerlund. Esta decisión se tomó durante la celebración en Minneapolis el pasado mes de mayo de la Reunión HPLC 94 (18th International Symposium on Column Liquid Chromatography).

De hecho, hacía tiempo que venía preparando la estrategia que había de permitirme cumplir con mi promesa ante la junta directiva y la asamblea general del GCTA de traer a España una reunión internacional de este calibre. ¿Cómo se consiguió? En parte gracias al excelente y verdaderamente profesional dossier técnico preparado por el Palacio de Congresos de Barcelona y a una agresiva presentación por mi parte de la importancia del GCTA como grupo científico consolidado y ya con cierta proyección internacional. En este sentido podemos tomar como ejemplo la publicación en el *Journal of Chromatography* de los volúmenes especiales que recogen una buena parte de los trabajos científicos presentados en las reuniones anuales de San Sebastián y Granada. Sin embargo, un obstáculo de importancia

es que la reunión parecía estar ya preasignada a Alemania por motivos quizás no estrictamente científicos. Tanto es así que Praga, otra de las ciudades contendientes, ni siquiera presentó su candidatura después del intento realizado en Hamburgo durante HPLC93. La verdad es que logre vender una imagen de seriedad y profesionalismo a la que ahora tendremos que hacer honor. Tenemos tiempos para pensar como organizar una gran reunión..., pero no me falléis. Uno de los problemas de base al que ya he aludido con anterioridad es la escasa participación de miembros del GCTA y de España en general en estos foros internacionales. Sirva para muestra el que la reunión de HPLC94 celebrada el pasado mes de mayo en la ciudad de Minneapolis me encontré presentando mi trabajo en solitario a pesar de que en el programa figuraban otros trabajos españoles. Afortunadamente, ninguno de los miembros del comité permanente reparó en este "pequeño detalle" cuando insistí ante dicho comité sobre la pujanza y gran momento del GCTA.

De estas y otras cuestiones de mutuo interés para el inmediato futuro del grupo hablaremos en la próxima asamblea general que celebraremos el próximo mes de octubre en Peñíscola. ¡Hasta entonces!

Emilio Gelpi
(Presidente)

Introducción de muestras sólidas en cromatografía de gases: desarrollo y estado actual del método de desorción térmica

Joaquín L. Esteban

Instituto de Química Orgánica General (CSIC)

Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid

En el análisis convencional por cromatografía gaseosa (GC) las muestras, que se introducen mediante una jeringa, deben ser líquidos limpios para facilitar la separación de los componentes y prolongar la vida media de la columna. Sin embargo, en el trabajo real podemos encontrar distintos tipos de muestras: aire con baja concentración de volátiles, líquidos viscosos, soluciones coloidales y, muy comúnmente, sólidos.

Los analistas se enfrentan con el problema de extraer los analitos de interés de tales muestras en la forma más concentrada posible, con elevada recuperación cuantitativa y mínima interferencia. La necesaria preparación o tratamiento de la muestra es en muchos casos el paso limitante del análisis cromatográfico.

La técnica más extendida para la preparación de muestras sólidas ha sido la extracción con disolventes; sin embargo, presenta un número importante de desventajas. Sus limitaciones han impulsado el desarrollo de técnicas alternativas que, por lo general, se basan en la distinta volatilidad de los compuestos a analizar, como la destilación. Estos métodos presentan el inconveniente de requerir un tiempo de tratamiento de muestra superior al del proceso cromatográfico.

Por ello, se han desarrollado métodos de inyección que facilitan la preconcentración y preseparación de los solutos de interés de la matriz de la muestra, entre los que se incluyen la inyección PTV con purga de disolvente, el espacio de cabeza, el sistema "purge and trap" y los métodos basados en el proceso de desorción térmica (DT).

FUNDAMENTO TEÓRICO DE LA DESORCIÓN TÉRMICA

Bajo el nombre de inyección por desorción térmica se engloban una serie de métodos que utilizan a una temperatura controlada un flujo de gas inerte para extraer de matrices sólidas o líquidas sus componentes "volátiles" y transferirlos a un sistema analítico, normalmente a un GC.

Durante el proceso de extracción, las concentraciones de los componentes en el gas que abandona la muestra disminuyen exponencialmente a lo largo del tiempo. En todas las ecuaciones se supone que la concentración de cada componente i en el gas que abandona la muestra está en equilibrio con la concentración de este componente en la muestra. De esta forma, el balance de masa del soluto en este sistema viene definido por la constante de distribución del soluto, que es el cociente entre las concentraciones de equilibrio en la muestra sólida y en la fase gaseosa, K_i :

$$K_i = \frac{W_{iS}/V_S}{W_{iG}/V_G} \quad (1)$$

donde W_{iS} y W_{iG} donde son las masas del componente i en la fase sólida y gaseosa y V_S y V_G son los volúmenes de estas fases, respectivamente.

La velocidad de extracción, expresado como cociente de la variación de componente i en la muestra por unidad de tiempo, dW_i/dt , puede ser descrita por

$$\frac{dW_i}{dt} = -f(W_i, F, T) \quad (2)$$

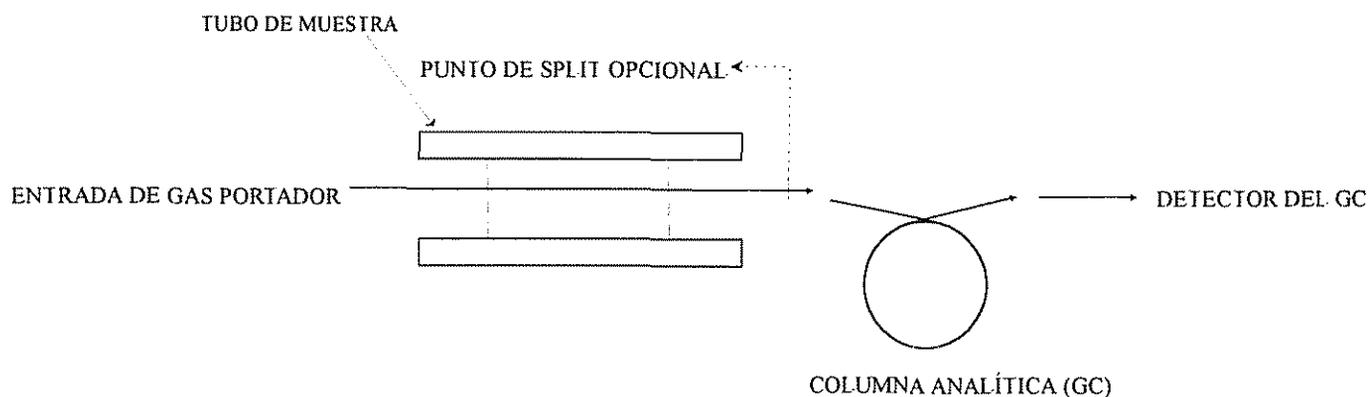


Fig. 1. Sistemas con DT en una sola etapa.

donde F es el flujo de gas inerte en la desorción primaria, W_i es la masa en un instante dado del componente i en la muestra y T la temperatura bajo la cual son desorbidos los volátiles.

EVOLUCIÓN

Se han descrito numerosas técnicas de inyección sin disolvente, la más antigua en 1958². Cada método tiene sus propias ventajas, dependiendo de las condiciones y tipo de muestra analizada. Aunque hace algunos años se usaban fundamentalmente columnas rellenas, no suele haber diferencias importantes en adaptar estos métodos a inyectores propios de columnas capilares.

En la recogida y concentración de volátiles de alimentos, por primera vez se ha usado en 1962³ un tubo en "U" o en espiral refrigerado, con o sin relleno. Los volátiles recogidos se transferían fácilmente a la columna por calentamiento. Estos estudios han demostrado que un tubo en espiral es más eficaz que un tubo en "U" para retener volátiles.

Una técnica de inyección sin disolvente es la diseñada por Stållberg-Stenhagen (1972)⁴. Las sustancias volátiles de insectos o de plantas se atrapan en una precolumna rellena con una adsorbente como Tenax GC. La precolumna se conecta entonces a una columna capilar y se calienta rápidamente para desorber los volátiles retenidos⁵¹⁻⁵².

Morgan y col. (1972)⁵ describen una técnica de inyección de muestras sólidas usada en los estudios de insectos. La muestra se sella dentro de un capilar de vidrio y se introduce en el inyector hasta situar el vial en la posición de inyección, en la cual se mantiene a 210 °C. El vial permanece cinco minutos en esta posición para asegurar la rápida volatilización de los componentes de la muestra. Cuando el vial se rompe con un émbolo, el material volátil es directamente arrastrado a la columna por el gas portador⁵⁻⁶.

El primer sistema para muestreo por difusión fue descrito por Palmes y Gunnison en 1973⁴⁶. Desde entonces se han desarrollado varios sistemas y diferentes muestreadores basados en la difusión y permeación han sido revisados en 1982 por Rose y Perkins⁴⁷.

Una técnica de análisis cromatográfico directo desarrollada en 1972 para recogida de volátiles en orina y en la respiración⁷ consiste en un tubo de acero inoxidable en forma de espiral, inmerso en un refrigerante. Una vez adsorbidos los volátiles en el tubo, se desorben térmicamente^{8,9} por calentamiento rápido haciendo pasar los volátiles a la columna cromatográfica.

Realizando modificaciones en la zona de inyección¹⁰⁻¹¹ de un GC se puede llegar a introducir un cartucho relleno con un adsorbente. El inyector se calienta con el cartucho durante un tiempo y los volátiles arrastrados se condensan en una trampa fría. Posteriormente se calienta rápidamente la trampa separándose en la columna los componentes. Se ha establecido que los cartuchos rellenos pueden ser almacenados sin sufrir pérdidas. Comparando varios adsorbentes resulta ser el más adecuado Tenax GC, cuya reproducibilidad resulta satisfactoria¹².

Más recientemente, se ha descrito la asociación de la técnica de DT con GC multidimensional y con GC/MS¹²⁻¹⁴.

ESTADO ACTUAL DE LA TÉCNICA

Los aparatos usados para desorción térmica (DT) de los tubos de muestra y la interfase con el GC pueden ser relativamente simples o muy complejos. Las muestras se pueden preparar concentrando componentes en fase vapor en un tubo relleno con un adsorbente, o pesando directamente materiales sólidos o líquidos que contienen volátiles en el tubo de muestra.

Los componentes de un sistema sencillo han sido descritos por Russell¹⁵. Los volátiles desorbidos de la muestra bajo una corriente de gas inerte a una determinada temperatura se barren directamente hacia la columna analítica de un GC. Este proceso es conocido como **DT en una sola etapa** (figura 1). Aunque este procedimiento parece sólido y efectivo, un único estado de desorción produce un ensanchamiento de las bandas de los componentes que compromete la cromatografía en columnas rellenas, mientras que las capilares no pueden ser usadas. Esta limitación puede ser superada por enfoque de los volátiles

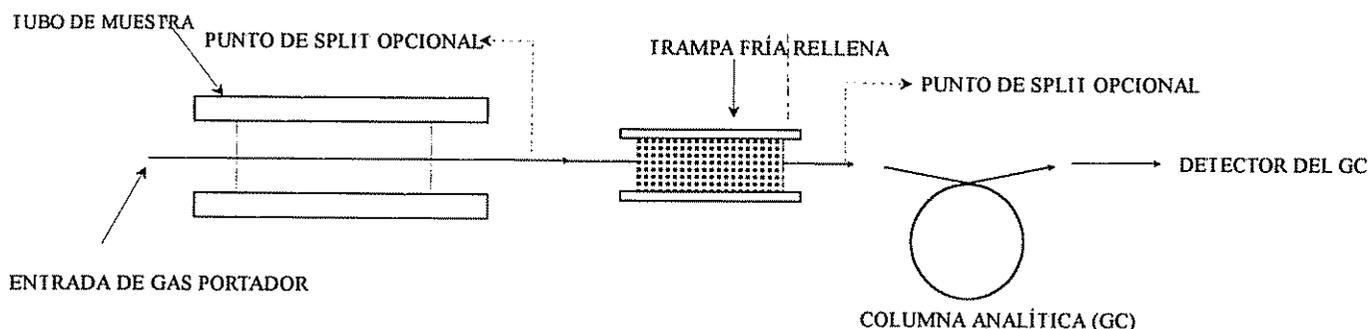


Fig. 2. Sistemas con dos pasos de DT

desorbidos en un segundo paso de adsorción/desorción antes de que sean transferidos al GC, lo que es conocido como **sistema con dos etapas de DT** (figura 2)

El sistema de DT usado más frecuentemente es este último, donde el tubo de muestra se calienta haciendo pasar a través de él un flujo de gas inerte. El adsorbente de la trampa fría permite retener todos los componentes de interés eluidos del tubo de muestra. Se puede instalar al inicio de la trampa fría un punto de división de flujo que regula el porcentaje de muestra que pasa a la desorción secundaria

Las trampas enfocan térmicamente fracciones que serían demasiado anchas para transferirlas directamente a la columna capilar, permiten establecer con exactitud el momento de reinyección de especies atrapadas en la columna para la precisa medición de tiempos de retención y permiten acumular cantidades de muestra usando el procedimiento de enriquecimiento en la trampa.

El críofoco en un sistema con dos etapas de DT se lleva a cabo usando, bien un tubo capilar o bien una trampa rellena. Este sistema permite reducir la anchura de las bandas cromatográficas de los componentes y no resta eficiencia a la separación cromatográfica.

El uso de trampas frías rellenas tiene las siguientes ventajas:

- Puede usarse con columnas rellenas y capilares; cuando el sistema se conecta a columnas capilares de alta eficacia, la anchura de picos obtenida es comparable a la producida por inyección capilar convencional.

- Durante la desorción de muestras que contienen agua, el hielo tenderá a concentrarse en la zona de enfoque del sistema. La deposición de hielo en el tubo de vidrio de la trampa fría rellena es mucho menos restrictiva al flujo de gas portador que si el sistema de críofoco es un tubo capilar. Esto es importante en el campo medioambiental donde las muestras a veces tienen elevada cantidad de agua.

- Las trampas frías rellenas pueden funcionar con mayor flujo de gas portador que los capilares. El flujo óptimo en una trampa fría oscila entre 10-200 mL/min, mientras que en la columna capilar varía entre 0,5-1 mL/min. Por ello conviene introducir uno o más puntos de división de flujo en la línea cromatográfica, lo cual permite independizar el flujo de gas portador durante la desorción o análisis cromatográfico.

- Algunas especies muy volátiles tales como etano, cloruro de vinilo y óxido nitroso pueden ser retenidas por simple adsorción en trampas rellenas sin requerir ningún refrigerante.

Una vez que la etapa de desorción primaria está completo, la trampa fría se calienta rápidamente para eluir todos los componentes retenidos como estrechas bandas. Entre la trampa y la columna cromatográfica puede establecerse otro divisor de flujo. La

posibilidad de dos divisores de flujo en el sistema de extracción permite independizar el flujo durante la desorción primaria (en una sola etapa) o secundaria (con dos etapas de desorción). Cuando empieza el calentamiento de la trampa se inicia el análisis en el GC.

La mayor eficiencia de atrapamiento ocurre cuando la trampa presenta un recubrimiento interior. Existen tres tipos de trampas dependiendo de que el recubrimiento interno sea una película fina, una capa de adsorbente o un relleno¹⁶. La reconcentración de las bandas de soluto ocurre a bajas temperaturas por el reparto de los solutos en la fase líquida de las paredes de la trampa. A bajas temperaturas aumenta el coeficiente de reparto, por lo que los solutos permanecen disueltos en la fase líquida. No usar tubos recubiertos puede dar lugar a la formación de aerosoles.

Las trampas frías son muy diversas, la más simple es la forma de "U" en la sección de entrada en la columna capilar, la cual es inmersa en un adecuado refrigerante^{17,18}. Las sustancias atrapadas son desorbidas al eliminar el refrigerante y eluidas con temperatura programada en la columna. Hay varias desventajas en este procedimiento. Por ejemplo, es un hecho bien documentado que la eficiencia de atrapamiento puede ser incrementada al ampliar el gradiente de temperatura negativa a través de la longitud de la trampa. Eso evita la posibilidad de formación de una micronebla o de un aerosol, situaciones donde no existe retención de volátiles.

La eficacia cromatográfica disminuye cuando la temperatura de la columna a la que se transfieren los componentes es mucho mayor que la de la trampa¹⁹. Este problema ocurre cuando la columna y la trampa se calientan conjuntamente. La eficacia también depende de la cantidad de cada componente volátil y del gradiente de temperatura de la trampa²⁰.

Un diseño más adecuado sitúa la trampa dentro de otro tubo con diferentes diseños²¹ a través del cual se puede hacer pasar un gas caliente o frío. Se establece un gradiente de temperaturas negativo cuando un gas frío se hace pasar a través del tubo que envuelve la trampa en dirección opuesta a la columna. Por el contrario, se genera un gradiente de temperaturas positivo cuando se hace pasar un gas caliente.

El tiempo de calentamiento de una trampa fría para la inyección en una columna capilar caliente debe ser del orden de 20 ms, para mantener la eficacia de la columna completamente²². No se pueden permitir tiempos superiores a este orden para calentar la trampa mediante gases calientes por su baja capacidad para transferir calor. Por tanto, se han diseñado varios circuitos electrónicos para aumentar la temperatura de las trampas de Pt/Ir²³⁻²⁷ para componentes de baja masa molecular, de -180 a 300 °C durante 10 ms.

Las trampas frías pueden resultar un inconveniente en el análisis de rutina que implique numerosas

muestras porque pueden originar "efecto memoria" y en ciertos casos por su fragilidad. Normalmente funcionan en modo automático

Se han utilizado numerosos diseños de trampas, Frank y col.⁵⁰ han empleado una micro-trampa que es capaz de llevar un completo y eficiente atrapamiento de volátiles, incluso a temperatura ambiente. Este procedimiento permite estudiar los componentes más volátiles y analitos de polaridad variable.

La DT posee una elevada versatilidad por la gran variabilidad en el flujo de gas inerte y en el intervalo de temperaturas de análisis. Sin embargo, hay muestras cuyo análisis por DT no es apropiado, como cuando contienen componentes demasiado polares para ser analizados por GC, compuestos lábiles que requieren una inyección en frío, componentes con menor volatilidad que n-C₄₀, o cuando la matriz se degrada térmicamente a las temperaturas que se requiere para una desorción cuantitativa.

A pesar de estas limitaciones, la DT permite simplificar y mejorar muchas determinaciones en GC. Sus ventajas son: unos límites de detección superiores, una mayor seguridad —no se usan disolventes peligrosos tales como CS₂—, ausencia de introducción de impurezas o de enmascaramiento de los picos de interés por un disolvente, poca cantidad de muestra necesaria (mg), facilidad de automatización, valores de recuperación próximos al 100% y en ciertos casos, una adsorción selectiva durante la recolección de la muestra y en la etapa de desorción primaria.

APLICACIONES

El área más importante de aplicación de la DT es el análisis de contaminantes medioambientales, que pueden ser divididos en tres categorías:

- Contaminantes primarios del aire en los lugares de trabajo (concentraciones típicas del orden ppm).
- Contaminantes primarios del aire del medioambiente (concentraciones típicas del orden ppb).
- Contaminantes acumulados en aguas y sedimentos.

Además de las aplicaciones medioambientales, la desorción térmica es ahora muy usada en el análisis de compuestos orgánicos volátiles de numerosas muestras que no pueden ser inyectadas en un GC. Estas muestras incluyen sólidos, emulsiones y soluciones de sales, etc. Un resumen de las aplicaciones de la DT se presenta en la figura 3.

La DT se ha usado extensamente en los aspectos analíticos de la higiene industrial²⁰⁻²⁹. Hay numerosos trabajos en la literatura sobre el análisis de algunos compuestos químicos tales como cloruro de vinilo, benceno, acrilonitrilo y formaldehído²⁷⁻³⁰⁻³⁶. Normalmente, las muestras de aire antes de ser analizadas precisan un adecuado enriquecimiento porque los contaminantes medioambientales están presentes en bajos niveles (ppm, ppb o ppt).

Del mismo modo se puede usar la DT como técnica de rutina para estudiar la nicotina del humo y del medioambiente¹¹⁻³⁷. En la monitorización de ambientes

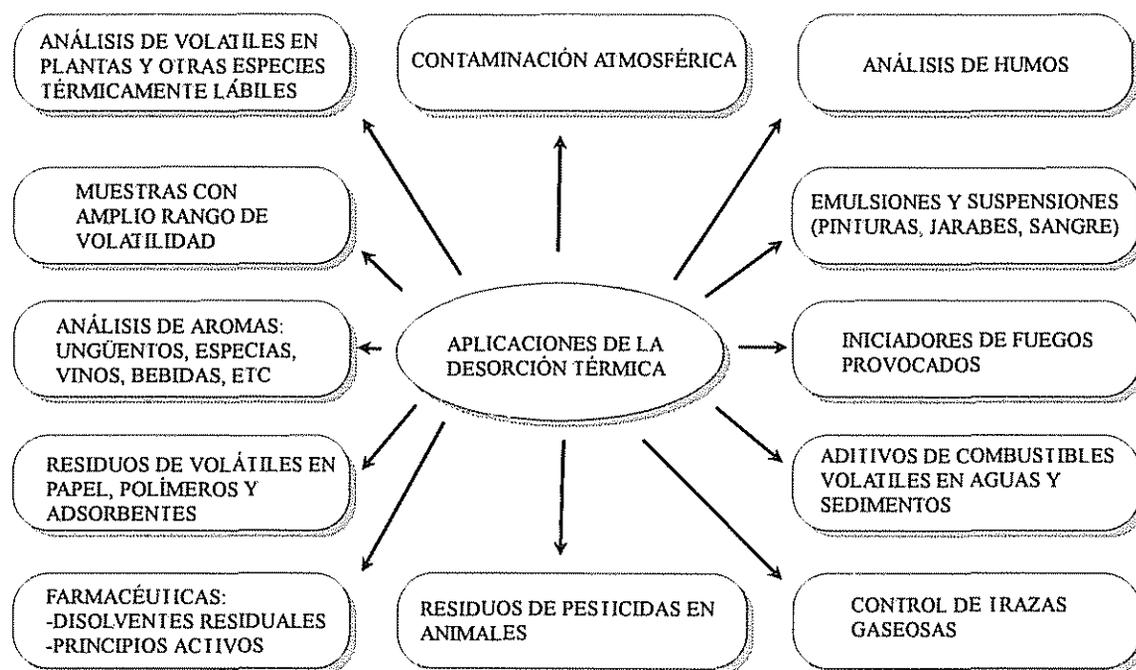


Fig. 3. Representación esquemática de las aplicaciones de la DT.

expuestos al humo del tabaco se han empleado tubos rellenos de Tenax para la determinación de la nicotina presente en el ambiente³⁷⁻⁴¹. Estos tubos de recolección se pueden conservar varias semanas sin sufrir pérdida considerable. Algunos herbicidas, como el trifluralin y triallato³⁸ se han determinado por DT encontrándose muy buenos resultados tanto en reproducibilidad como en sensibilidad.

La DT resulta también adecuada para estudiar terpenos³⁹⁻⁴² en plantas. La eficiencia de adsorción/desorción para isopreno con trampa de Tenax GC es del 96,5%. Los resultados para α -pineno resultan adecuados y comparables a los obtenidos por los métodos conocidos más usados.

En la investigación de los fuegos provocados la DT presenta grandes ventajas sobre otras técnicas, ya que permite un enriquecimiento de los iniciadores del fuego sin usar técnicas de fraccionamiento. Esto hace que este método sea muy utilizado para distinguir la causa de un fuego provocado (queroseno, gasoil, gasolina, alcohol...)

En el análisis de alimentos la DT ha sido usada para determinar los componentes volátiles desprendidos durante el almacenamiento de las patatas⁴³, y los volátiles en la grasa de cordero calentada⁴.

En el estudio de feromonas sexuales de lepidópteros se han usado diferentes modelos de inyección de muestras sólidas, normalmente con columnas rellenas⁴⁴⁻⁴⁸ aunque también se han usado columnas capilares⁴⁹.

Los componentes volátiles de la orina y de la respiración pueden ser concentrados sobre un sistema de atrapamiento y posteriormente ser desorbidos haciéndolos pasar a través de un GC⁷⁻⁹. Como consecuencia de que los duplicados de los análisis no daban resultados satisfactorios, no siendo el sistema apropiado para fines diagnósticos, se diseñó un sistema mejorado para análisis de orina⁹ con reproductividad cuantitativa.

El empleo de la DT ha simplificado la preparación de muestras, permitiendo ahorrar disolventes y reducir el tiempo total del análisis. Su implementación en sistemas automáticos se extenderá sin duda cada vez más, ya que el coste inicial del equipo se compensa con el aumento de precisión y número de análisis.

BIBLIOGRAFÍA

- Hinshaw J V; *J Chromatog Sci* 26(1988) 142
- Bowman R. L., Karmen A; *Nature (London)* 182(1958) 1233
- Hornstein I., Crowe P F.; *Anal Chem* 34, 10(1962) 1354
- Ställberg-Stenhagen S.; *Chem Scr* 2(1972) 97.
- Morgan E. D., Wadhams L. J.; *J Chromatog Sci* 10(1972) 528
- Davies N. W., Madden J L.; *Chem Ecol* 11(1985) 1115.
- Teranishi R., Mon T R.; *Anal. Chem* 44(1972) 18
- Flath R. A., Forrey R R., Teranishi R.; *J Food Sci* 34(1969) 382.
- Robinson A. B., Partridge D., Turner M., Teranishi R., Pauling L.; *J Chromatog* 85(1973) 19
- Zlatkis A., Lichtenstein H. A., Tishbee A.; *Chromatographia* 6, 2(1973) 67
- Tang H., Benner C. L., Richards G. H., Milton, Lee L., Lewis E. A., Hausen L. D., Eatouch D. J.; *Intern J Environ Anal Chem* 33(1988) 197
- Cocksedge M. S., Evns N., Trenchard P. J. en *Advances in Mass Spectrometry 1985 Part B*. Todd J. F. J. (Ed). John Wiley & Sons. 1986. pp. 639-640
- Sye W-F., Chang C-L.; *J Chin Chem Soc* 36(1989) 523
- Niltz S., Julich E. en *Analysis of volatiles*. Walter de Gruyter. Berlin. New York. 1984, p. 151
- Rusell J. W.; *Environ Sci Technol* 9(1975) 1175
- Grob K., Habich A.; *J Chromatog* 321(1985) 45
- Zlatkis A., Lichtenstein H. A., Tishbee A.; *Chromatographia* 6(1973) 6
- Zlatkis A., Poole C. F., Brazell R., Lee K. Y., Singhawangcha S.; *J HRC&CC* 2(1979) 423
- Schomburg G., Behlan H., Dielman R., Weeke F., Husmann H.; *J Chromatog* 142(1977) 87
- Hagman A., Jacobsson S.; *J Chromatog* 448(1988) 117
- Kalman D., Dills R., Perera C., DeWalle F.; *Anal Chem* 52(1980) 1993
- Hopkins B. J., Pretorius V.; *J Chromatog* 158(1978) 465
- Settlage J. A., Jennings W. G.; *J HRC&CC* 3(1980) 146
- Lanning L. A., Sacks R. D., Mouradian R. F., Levine S. P., Foulke J. A.; *Anal Chem* 60(1988) 1994
- Mouradian R. F., Levine S. P., Sacks R. D.; *J Chromatog Sci* 28(1990) 643.
- Springston S. R.; *J Chromatog* 517(1990) 67
- Müller S., Oehme M.; *J HRC&CC* 13(1990) 34
- Melcher R. G.; *Anal Chem* 55(1983) 40R.
- Langhorst M. L., Coyne L. B.; *Anal Chem* 59(1987) 1R
- Schaefer R. G.; *J HRC&CC* 8(1985) 267
- Noy T., Fabian P., Borchers R., Janssen F., Cramers C., Rijks J.; *J Chromatog* 393(1987) 343
- Wennrich L., Weich T., Engewald W.; *J Chromatog* 241(1982) 49
- Steinhanses J., Schoene K.; *J Chromatog* 514(1990) 273.
- Senf L., Frank H.; *J Chromatog* 520(1990) 131
- Termonia M., Alaerts G.; *J Chromatog* 328(1985) 367
- Fabbri A., Crescentini G., Mangani F., Mastrogiacomo A. R., Bruner F.; *Chromatographia* 23, 11(1987) 856.
- Bell R. E.; *Intern J Environ. Anal Chem* 33(1988) 219
- Cessna A. J., Kerr L. A.; *J Chromatog* 642(1993) 417
- Riba M-L., Tsiropoulos N., Torres L.; *J Chromatog* 437(1988) 139.
- Roberts D. R.; *J Gas Chromatog* 6(1968) 126
- Senanayake U. M., Edwards R. A., Lee T. H.; *J Chromatog* 116(1976) 468
- Esteban J. L., Martínez-Castro I., Sanz J.; *J Chromatog A* 657(1993) 155
- Bondarenko M. A., Tomashchuck A. Yu., Solov'ev S. I., Belikov A. B., Khmel'nitskii R. A.; *Izv. Timiryazusk S-Kh Akad.* 5(1987) 170
- Bridges J. R., Guinn F. H.; *Z Angew. Entomol.* 89(1980) 54
- Weatherston J., MacLean W.; *Can. Entomol* 106(1974) 281.
- Palmes E. D., Gunnison A. F.; *Am. Ind. Hyg Assoc. J* 34(1973) 78
- Rose V. E., Perkins J. L.; *Am Ind Hyg Assoc. J* 43(1982) 605
- a) Decoins C., Gallois M., *Ann Zool Ecol Anim* 11(1979) 521; b) Frerot B., Priesner E., Gallois N., *Z Naturforsch C34*(1979) 1248; c) Frerot B., Gallois M., Lettère M., Einhorn J., Michelot D., Decoins C., *J Chem Ecol* 8(1982) 663
- Buser H. V., Widmer H. M.; *J HRC&CC* 2(1979) 177
- Frank W., Frank H.; *Chromatographia* 29, 11/12(1990) 571.
- Bergström G., Löfqvist J.; *J Insec Physiol* 19(1973) 877
- Bergström G., Applegren M., Borg-Karlson A.-K., Groth I., Strömberg S.; *Chem Scr* 16(1980) 173.

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

Dr. Xavier Guardino

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines - Centro Nal. de Condiciones de Trabajo

C/ Dulcet, 2-10 - 08034 Barcelona

acompañado de la correspondiente autorización bancaria. Precio 1995: 4.500 Ptas

Señale la dirección en la que desea recibir la correspondencia.

Por favor, envíe un cheque por la cuota del primer año.

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

HOJA DE INSCRIPCION

Apellidos	Nombre
<input type="checkbox"/> Ciudad	(CP)
Calle	núm.
<input type="checkbox"/> 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

Por favor, rellene los datos bancarios en el formato:

/ _ _ _ _ / _ _ _ _ / _ _ / _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ /
Entidad Oficina D.C. Numero de cuenta



Determinación de cromo hexavalente en aguas por cromatografía iónica

Sánchez Sánchez, M., Fernández García, M. y Bueno González, D.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (C.I.E.M.A.T.). Madrid

INTRODUCCIÓN

Las sales de cromo se utilizan en muchos procesos industriales y frecuentemente se añaden cromatos a los circuitos de refrigeración para evitar su corrosión, siendo posible que estas sustancias alcancen los sistemas de suministro de agua a través de los vertidos industriales.

El cromo existe en el medio ambiente, fundamentalmente en dos estados de oxidación, trivalente Cr(III) y hexavalente Cr(VI). La especie no acomplejada trivalente es el ión Cr^{3+} . Esta especie es soluble en disoluciones ácidas pero precipita como hidróxido en disoluciones alcalinas. La cinética del cambio de ligandos de la especie Cr(III) es muy lenta, de ahí la baja reactividad que presenta en el medio ambiente y sistemas biológicos. El Cr(III) es considerado esencial para los mamíferos en el metabolismo de la glucosa, los lípidos y las proteínas.

El Cr(VI) se encuentra principalmente como ión cromato (CrO_4^{2-}), cromato ácido (HCrO_4^-) o dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) dependiendo del pH y concentración de la disolución (1). En disoluciones ácidas la especie predominante es el dicromato, mientras en disoluciones alcalinas predomina el cromato. En cualquier forma ácido-base el Cr(VI) es un oxidante fuerte y por tanto nocivo para el medio ambiente y sistemas biológicos. El Cr(VI) tiene un efecto dañino para los pulmones, hígado y riñón.

De aquí se desprende la mayor importancia de la determinación de las especies del Cr(VI) que del Cr(III) en el medio ambiente.

En este trabajo se estudia un procedimiento desarrollado por Dionex (2,3) que permite la determinación selectiva y muy sensible de Cr(VI) como anión cromato a niveles de mg/L y $\mu\text{g/L}$, mediante cromatografía iónica. El método se basa en la separación en columna cromatográfica del ión cromato y su detección mediante una reacción postcolumna espectrofotométrica, con el reactivo difenilcarbocida (DPC). El complejo formado Cr(VI)-DPC absorbe en la región visible con máximos de absorbancia de 520-545 nm.

Se estudia la linealidad de la curva de calibración en tres rangos de concentración, la repetibilidad de los resultados, así como los límites de detección. Se aplica el método a la determinación de Cr(VI) en un agua natural, a la que se añaden mezclas de Cr(III) y Cr(VI).

PARTE EXPERIMENTAL

Instrumentación

– Cromatógrafo iónico Dionex (Hucoa Erlös, S.A.) con los siguientes dispositivos:

– Columnas cromatográficas: Se ha utilizado un conjunto formado por una columna guarda IonPac-CG5 y una columna separadora IonPac-CS5 muy hidrofílica para la separación de metales de transición, con material de relleno inerte de $13\ \mu\text{m}$ y microesférulas de intercambio iónico de $100\ \text{nm}$.

– Detector: Se ha utilizado un detector ultravioleta-visible, VDM-2, a $540\ \text{nm}$, con un reactor de membrana acoplado a la salida de la columna separadora para la adición de reactivo y formación del producto coloreado.

– Tratamiento de datos: Se ha utilizado una estación de automatización de trabajo y tratamiento de datos Autoion 450 de Dionex que permite introducir los parámetros cromatográficos de todo el equipo: bomba, sistema de muestreo e inyección y detector. Al mismo tiempo se pueden consignar los parámetros de integración, de manera que los cromatogramas resultantes puedan ser cuantificados y estudiados individualmente y en conjunto.

Soluciones y reactivos

– Eluyente Stock. Se prepara por disolución de los siguientes reactivos en agua desionizada: $20\ \text{mM}$ ($3,34\ \text{g/L}$) ácido piridin 2,6 dicarboxílico (PDCA), $20\ \text{mM}$ ($5,36\ \text{g/L}$) fosfatohidrógeno disódico heptahidrato, $100\ \text{mM}$ ($15,0\ \text{g/L}$) yoduro sódico, $500\ \text{mM}$ ($38,5\ \text{g/L}$) acetato amónico y $28,0\ \text{mM}$ ($1,10\ \text{g/L}$) de hidróxido de litio monohidrato.

– Eluyente de trabajo. Llevar $100\ \text{mL}$ del eluyente stock a un matraz de $1\ \text{litro}$ con agua desionizada. Este eluyente debe tener un pH comprendido entre 6,7-6,8, si no fuese así, se ajusta con disolución de hidróxido sódico.

– Reactivo postcolumna. $2\ \text{mM}$ difenilcarbocida (DPC).

– Disolución patrón de Cr(VI) de $1.000\ \text{mg/L}$. A partir de esta disolución y por diluciones sucesivas se preparan los patrones necesarios según el rango de calibración: De 1 a $25\ \text{mg/L}$, patrones de $1, 2, 5, 10$ y $25\ \text{mg/L}$. De 25 a $1.000\ \mu\text{g/L}$, patrones de $25, 100, 250, 500$ y $1.000\ \mu\text{g/L}$ y de 5 a $100\ \mu\text{g/L}$, patrones de $5, 10, 25, 50$ y $100\ \mu\text{g/L}$.

– Agua desionizada de 18 MΩ obtenida con una estación Labconco (Water Pro T.M. PS).

– Aguas sintéticas de mezclas de Cr(III) y Cr(VI). Con el fin de asimilar las disoluciones sintéticas a un agua natural, se empleó como matriz un agua de manantial de montaña (Bohoyo, Ávila) a la que se adicionó Cr(III) y Cr(VI). A partir de Cromo metal y de dicromato potásico se prepararon por disolución con HCl 1:1 y el agua reactivo, respectivamente, diluyendo en el primer caso con esta última, disoluciones de 800 mg/l de Cr(III) y 200 mg/L de Cr(VI). Por diluciones sucesivas con el agua reactivo se consiguieron las siguientes disoluciones:

AGUA I: 40 µg/L Cr(III) + 100 µg/L Cr(VI)

AGUA II: 80 µg/L Cr(III) + 50 µg/L Cr(VI).

Ambas se llevaron a pH 2 con la cantidad mínima de H₂SO₄. Se conservaron en frigorífico a 4 °C, dejándolas estabilizar durante aproximadamente un mes.

Condiciones cromatográficas

Se obtienen diversos cromatogramas con disoluciones patrón con el fin de seleccionar las condiciones cromatográficas. Estas se reflejan en la tabla I.

Tabla I. Condiciones cromatográficas

Eluyente	2mM PDCA (Tamponado pH=6,7)
Caudal de eluyente	1 mL/min
Reactivo	2mM DPC/10% CH ₃ OH-0,9 N H ₂ SO ₄
Caudal de reactivo	0,5 mL/min
Volumen de muestra	250 µL (para ppm, 50 µL)
Dispositivo de mezcla	Reactor de membrana
Longitud de onda	540 nm
Sensibilidad	0,1 AU

RESULTADOS

En la figura 1 se muestra un cromatograma, obtenido en las condiciones anteriormente descritas de un patrón de 100 µg/L de Cr(VI).

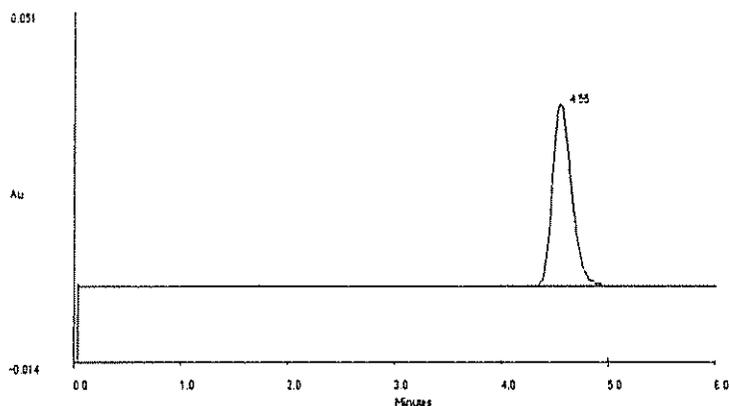


Fig. 1.—Cromatograma de una disolución patrón de Cr(VI)

Se estudia la linealidad de la curva de calibración en los rangos 1 a 25 mg/L, de 25 a 1.000 µg/L y de 5 a 100 µg/L. Los resultados obtenidos se recogen en la tabla II.

Tabla II. Linealidad

	Rango 1-25 µg/L	Rango 25-1 000 µg/L	Rango 5-100 µg/L
Coefficiente de correlación lineal r	0,998846 P > 99%	0,999856 P > 99%	0,999876 P > 99%
Coefficiente de regresión lineal b	95 120	324,8	290,5
Ordenada en el origen a	5 517	-3270	-435

Los patrones escogidos para estudiar la repetibilidad fueron los de 2 µg/L, 25 µg/L y 5 µg/L. La concentración máxima tolerable en aguas es de 50 µg/L según la reglamentación técnico-sanitaria sobre la calidad de aguas potables para consumo público (4). Los resultados se indican en la tabla III.

Tabla III. Repetibilidad

	Rango 1-25 µg/L	Rango 25-1 000 µg/L	Rango 5-100 µg/L
Concentración de trabajo	2,00 µg/L	25 µg/L	5 µg/L
Valor medio	2,00 µg/L	25,20 µg/L	4,78 µg/L
σ_{n-1} (n=6)	4,87 µg/L	0,43 µg/L	0,1 µg/L
RSD %	0,24	1,70	1,62
Límite de detección	14,6 µg/L	1,20 µg/L	0,30 µg/L

Por último y con el fin de validar el procedimiento se analizaron dos muestras de aguas, AGUA I y II con contenidos en Cr(III) y Cr(VI) cercanos a los niveles máximos fijados por la legislación. Uno de los cromatogramas obtenidos se refleja en la figura 2. Los resultados encontrados de Cr(VI) se recogen en la tabla IV.

CONCLUSIONES

A la vista de los resultados de la tabla II, puede concluirse que existe una buena linealidad, en los tres rangos utilizados, cuando se representan las concentraciones, frente a las áreas de los picos de los cromatogramas obtenidos. Se obtienen buenos valores de los coeficientes de correlación que ponen de manifiesto una significación estadística superior al 99%.

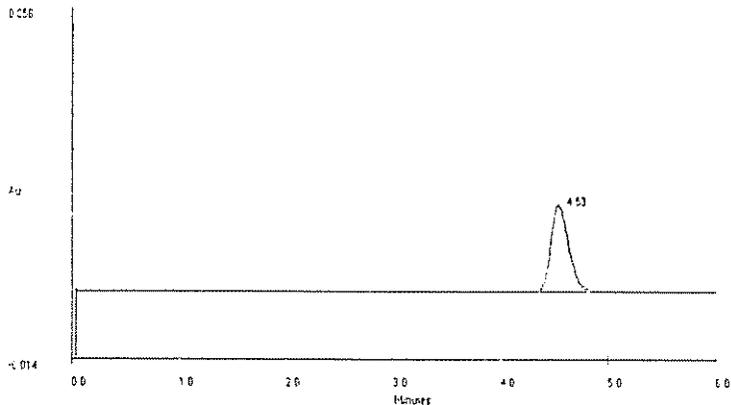


Fig. 2.—Cromatograma de la muestra Agua I

De igual manera resulta muy buena la repetibilidad de las lecturas con un porcentaje de variación de la desviación estándar sobre la media que no supera al 2% en el rango más bajo de concentración.

El límite de detección puede considerarse, en el rango más bajo de los estudiados, de 300 ppt.

Se obtiene una muy buena correlación entre los contenidos de Cr(VI) añadidos y encontrados en un agua natural.

Tabla IV. Resultados encontrados de Cr(VI) en $\mu\text{g/L}$ para dos muestras de agua.

Réplica	Agua I	Agua II
1	97,77	48,54
2	97,72	48,85
3	98,06	48,78
4	97,76	48,64
5	97,98	48,54
Valor medio	97,9	48,7
σ_{n-1} (n=5)	0,15	0,14
RSD %	0,16	0,30

BIBLIOGRAFÍA

- 1 - Burriel Marti F, Lucena Conde F Arribas Gimeno F y Hernández Méndez J Química Analítica Cualitativa. 11ª edición Ed Paraninfo, 1983
- 2 - Determination of Cr(VI) in Water, Wastewater and Solid Waste Extracts Technical Note Dionex TN 26, May 1990.
- 3 - Determination of Chromium by Ion Chromatography. Technical Note Dionex TN 24. July 1991
- 4 - Real Decreto 1138/1990 de 14 de septiembre Boletín Oficial del Estado num 226. 20 de septiembre de 1990

ARTÍCULOS DE INTERÉS

Aplicación de la cromatografía electrocinética micelar al análisis de compuestos de elevada toxicidad.

En los trabajos que se resumen a continuación se destaca la importancia de las técnicas de cromatografía electrocinética micelar (MEKC) en la separación de solutos eléctricamente neutros, de elevada hidrofobicidad, algunos de ellos conocidos como potentes carcinógenos o de elevado poder contaminante.

Se muestran diferentes separaciones realizadas con disoluciones micelares iónicas de dodecilsulfato sódico (SDS), en ausencia y presencia de modificadores de tipo orgánico como el metanol. Se demuestra la importancia de la adición de ciclodextrinas (CD) a las disoluciones micelares (CD-MEKC) en la separación de este tipo de compuestos y sobre todo en la separación de enantiómeros.

En el último trabajo, se relacionan los coeficientes de distribución soluto-micela, obtenidos a partir de los tiempos de migración de los solutos, con el coeficiente de reparto octanol-agua. Además se estudian los parámetros termodinámicos correspondientes a la solubilización micelar en medios micelares puros e híbridos.

Terabe, S.; Miyashita, Y.; Shibata, O.; Barnhart, E.R.; Alexander, L.R.; Patterson, D.G.; Karger, B.L.; Hosoya, K.; Tanaka, N.
J. Chromatogr., 516 (1990) 23-31.

Separation of highly hydrophobic compounds by cyclodextrin-modified micellar electrokinetic chromatography.

En este trabajo los autores investigan la aplicación de las técnicas de CD-MEKC a la separación de diferentes familias de solutos, todos ellos conocidos como potentes contaminantes, entre los que se encuentran bencenos clorados, bifenilos triclorados, tetraclorodibenzo-p-dioxinas e hidrocarburos policíclicos aromáticos. La elevada selectividad de la técnica se debe al diferente reparto que sufren solutos de hidrofobicidad semejante y enantiómeros, entre la ciclodextrina y la micela.

Se muestran separaciones de los solutos en distintas condiciones experimentales. Así, se pone de manifiesto que la utilización de γ -CD, generalmente da mejores resultados que la utilización de β -CD o de medios micelares puros.

Terabe, S.; Miyashita, Y.; Isihama I.; Shibata, O.
J. Chromatogr., 636 (1993) 47-55.
Cyclodextrin-modified micellar electrokinetic chromatography: separation of hydrophobic and enantiomeric compounds.

En este trabajo se aplica la técnica de CD-MEKC a la separación de compuestos de elevada hidrofobicidad, totalmente incorporados en la micela y a la separación de enantiómeros, basándose en el reco-

nocimiento quiral de las ciclodextrinas. Así, en CD-MEKC, el factor de capacidad y los tiempos de migración pueden ser manipulados, controlando la concentración de tensioactivo y ciclodextrina. En la separación de enantiómeros, la elección de la ciclodextrina es un factor de gran importancia a tener en cuenta, encontrándose que la mezcla de ciclodextrinas de distinta naturaleza puede en ocasiones presentar ventajas. La adición de metanol a este tipo de disoluciones micelares, no solamente va a afectar a los tiempos de migración, sino también a la selectividad de separación. Así, se muestra la separación de nueve isómeros de dimetilnaftaleno en presencia de γ -CD, SDS y urea. La utilización de urea no afecta a la selectividad de separación, pero previene la precipitación de complejos entre derivados de naftaleno y la CD. En ausencia de γ -CD, los tiempos de migración de todos los isómeros son idénticos al del soluto utilizado como marcador micelar (SUDAN IV), lo que sugiere que están totalmente incorporados a la micela. También, se muestra la separación de 16 hidrocarburos policíclicos aromáticos en presencia de γ -CD y β -CD en la disolución micelar de SDS. Los resultados demuestran la diferente selectividad de separación encontrada cuando se emplean CD de distinta naturaleza o mezclas de ellas. La adición de elevadas concentraciones de urea previene la precipitación de las CD y ayuda a la no adsorción de los solutos estudiados en la pared capilar. Por último, se compara la selectividad de separación para una serie enantiomérica de Dansilaminoácidos con γ -CD y β -CD, β -CD-20% metanol, mezclas de β y γ -CD y mezclas de ellas en presencia de un 10% de metanol. Los resultados indican que, en general, la γ -CD da mejores resultados que la β -CD. La adición de un 20% de metanol aumenta la discriminación quiral para la β -CD, sin embargo la adición de un 10% de metanol en la mezcla de CD no aumenta la resolución y sí los tiempos de migración.

Takeda, S.; Wakida, S.; Yamane, M.; Kawahara, A.; Higashi, K.
Anal. Chem., 65 (1993) 2489-2492.

Migration Behavior of Phthalate Esters in Micellar Electrokinetic Chromatography with or without Added Methanol

En este trabajo, se estudia un conjunto de ésteres de ftalato por MEKC utilizando SDS en ausencia y presencia de un 20% de metanol. Este tipo de solutos son muy utilizados en la industria del plástico y se incluyen entre los principales contaminantes del medio ambiente acuático.

Se observa, que la adición de un 20% de metanol, aumenta la resolución de separación. Así, con disoluciones de SDS (0,05M) únicamente se separan cuatro solutos, sin embargo, en presencia de un 20% de metanol se separan nueve.

A partir de los tiempos de migración de los solutos estudiados se calcula el coeficiente de reparto soluto-micela y se relaciona con el coeficiente de distribu-

NUEVO CROMATOGRAFO LIQUIDO

DIONEX

**UNA NUEVA GENERACION
DIONEX DX-500**

**IC
+
HPLC**



- ✓ **Configuración Modular**
 - ✓ **Nuevo Diseño de los Detectores**
 - ✓ **Paneles de Mandos con Pantalla Individual**
 - ✓ **Acceso Frontal a la Electrónica y Circuitos de Fluidos**
 - ✓ **Interfase de Comunicación con el PC de Alta Velocidad**
 - ✓ **Bombas de Perfecto Funcionamiento**
- Adaptable a cualquier aplicación de CI ó HPLC*
- Mayor sensibilidad*
- Facilidad de control de los parámetros cromatográficos*
- Facilidad de Montaje y Mantenimiento*
- Monitorización en Tiempo Real. Transferencia Digital de Datos. Diagnóstico Inteligente de Operación y Fallos*
- Flujos Precisos, sin Pulsos*

(91) 733 72 12
Ext. 25

**PARA
ATENDER
CONSULTAS
DE APLICACION
DIONEX.**

**SOLICITE FOLLETO
POWERFUL SOLUTION**

 **Hucoa-Erlöss**

ESPAÑA
28046 MADRID PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL: (91) 733 72 12 (6 LINEAS). FAX: 314 19 04. TELEX: 23655
08026 BARCELONA C/ MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150 - 152. TEL: (93) 456 24 00 / 456 78 05. FAX: 456 48 88
41006 SEVILLA AVDA. HEROES DE TOLEDO, 5 - 2º B. TEL: (95) 492 00 41 / 492 00 78. FAX: 492 10 04
48930 LAS ARENAS (BILBAO) VILLA DE PLENCIA, 30 BAJO. TEL: (94) 463 38 11 / 463 37 34. FAX: 463 92 18
46110 GODELLA. (VALENCIA) C/ MANUEL TOMAS, 5. TEL: (963) 63 72 38
PORTUGAL
1200 LISBOA RUA DE S. PAULO, 62. TEL: (351-1) 346 15 81. FAX: (351-1) 342 88 10

EXTRACTOR CON ADICION DE MODIFICADORES SFE - 723



La Extracción con Fluidos Supercríticos está reemplazando rápidamente y con ventaja a la extracción Soxhlet, como, método de preparación de muestras en un amplio campo de aplicaciones como:

- ✓ **MEDIO AMBIENTE:** TRPH, diesel en suelos, BTEX, PAHS, PCBs incluyendo dioxinas, pesticidas, herbicidas, explosivos.
- ✓ **ALIMENTOS:** Grasas, aceites, aromas, nutrientes y contaminantes.
- ✓ **PETROQUIMICA:** Aditivos de polímeros, aditivos para siliconas, lixiviados, tensoactivos, ...
- ✓ **INDUSTRIA FARMACEUTICA:** Productos activos de parches transcutaneos, medicamentos en tejidos, impurezas en materias primas, aditivos, antimicrobianos, esteroides, ...
- ✓ **INDUSTRIA TEXTIL:** Aditivos, grasa de lana, acabado de fibras, ...

**(91) 733 72 12
Ext. 25**

**PARA
ATENDER
CONSULTAS
DE APLICACION
DIONEX.**

**SOLICITE FOLLETO
POWERFUL SOLUTION**



ESPAÑA
28046 MADRID PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL: (91) 733 72 12 (6 LINEAS). FAX: 314 19 04. TELEX: 23655
08026 BARCELONA C/ MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150 - 152. TEL: (93) 456 24 00 / 456 78 05. FAX: 456 48 88
41006 SEVILLA AVDA. HEROES DE TOLEDO, 5 - 2ª B. TEL: (95) 492 00 41 / 492 00 78. FAX: 492 10 04
48930 LAS ARENAS (BILBAO) VILLA DE PLENCIA, 30 BAJO. TEL: (94) 463 38 11 / 463 37 34. FAX: 463 92 18
46110 GODELLA. (VALENCIA) C/ MANUEL TOMAS, 5. TEL: (963) 63 72 38

PORTUGAL
1200 LISBOA RUA DE S. PAULO, 62. TEL: (351-1) 346 15 81. FAX: (351-1) 342 88 10

ción octanol-agua, encontrándose relaciones lineales tanto en ausencia como en presencia de metanol en la disolución electrolítica. Además, se estudian los parámetros termodinámicos correspondientes a la solubilización micelar. Los resultados indican que la entropía disminuye al aumentar la cadena alquílica del soluto en los dos medios, sin embargo, los cambios entrópicos son diferentes en presencia y ausencia de metanol.

M.A. García

Nuevos métodos para medir la Exposición Humana a contaminantes medioambientales tóxicos (PCDDs y PCDFs)

Entre los factores que determinan la complejidad de los análisis de PCDDs y PCDFs, caben ser destacados los bajos niveles (ppt, ppq) a los que estos contaminantes se encuentran, especialmente en muestras biológicas, siendo mucho más elevados generalmente los niveles de otros contaminantes que representan serias interferencias a la hora de llevar a cabo el análisis. Estos factores obligan al empleo de potentes técnicas de detección como la Espectrometría de Masas, técnica que generalmente puede optimizarse empleando buenas técnicas de purificación (clean up) de las muestras. Las técnicas actuales de análisis, ajustándose a estos requisitos, pretenden además conseguir reducir tanto el tiempo como el coste de los análisis.

Recientemente el grupo de Chang y colaboradores, han investigado las ventajas de la extracción en fase sólida para aislar PCDDs y PCDFs en muestras biológicas. Proponen el empleo de un cartucho de sílice (C18) para llevar a cabo la extracción inicial y el enriquecimiento de la muestra. La siguiente etapa de la purificación se llevaría a cabo con el empleo de un sistema construido con dos cartuchos, de tal manera que se acopla un cartucho de sílice sin modificar con otro cartucho donde la sílice va unida al ácido bencenosulfónico. La etapa final de la purificación se efectúa empleando un cartucho de florisil. Estas tres etapas, de gran sencillez, en las que se requiere manejar volúmenes de disolventes pequeños, rinden un método muy efectivo que permite trabajar con muestras a niveles de ppq. (Analytical Chemistry, Vol. 65, pp. 2420-2427, 1993).

Por otro lado el grupo de D.G. Patterson y colaboradores es uno de los pioneros en las investigaciones de nuevas técnicas analíticas rápidas y fiables como alternativas a los tradicionales esquemas de análisis de PCDDs y PCDFs. Dentro de estas nuevas técnicas, todavía en etapa de investigación, caben ser destacadas:

Cromatografía de gases bidimensional

El efluente de una primera columna tradicional se pasa directamente a una segunda columna corta de alta velocidad, consiguiéndose separaciones de mezclas muy complejas en tiempos muy cortos, incre-

mentando la potencia de detección de la espectrometría de masas en un factor de 10.

Extracción con fluido supercrítico/cromatografía de gases

Este acoplamiento permite una rápida extracción de la muestra, acelerando el tiempo de análisis. Presenta la ventaja de que la EFS permite una mejor penetración en la matriz de la muestra frente a los tradicionales métodos de extracción líquida

Cromatografía electrocinética micelar sobre ciclodextrinas

Esta técnica se basa en la partición de los análisis hidrófobos entre ciclodextrinas neutras y micelas cargadas negativamente. Es compatible con matrices acuosas y también goza de la alta eficiencia de las columnas capilares de cromatografía de gases. La técnica permite el análisis de isómeros específicos para la 2,3,7,8-TCDD, el isómero más tóxico conocido dentro del grupo de las PCDD/Fs. (Symposium Volumes Dioxin 92, Organohalogen Compounds, Vol 8, Tampere, Finland, FIOH 1992)

Begoña Jiménez

RESEÑA DE LIBROS

Capillary gas chromatography in food control and research

R. Wittkowski, R. Matissek (editores), Technomic Pub. Co., Inc. Lancaster, P.

El libro está dividido en tres partes y cada una de ellas en varios capítulos, cada uno escrito por un especialista del tema.

La primera parte, cromatografía de gases capilar, consta de dos capítulos, ambos escritos por Wittkowski; en el primero de ellos se revisan los fundamentos de la técnica y los parámetros más importantes que afectan al comportamiento de las columnas. El segundo capítulo describe diversos montajes destinados a mejorar las prestaciones de los equipos estándar: división de efluyentes, acoplamiento de columnas, separaciones multidimensionales, etc.

Análisis de ingredientes alimentarios es el tema de la segunda parte y comprende los siguientes capítulos:

– "Componentes de alimentos ricos en carbohidratos", por O. Frölich, que está estructurado a base de ejemplos tan heterogéneos como la determinación de ácido propiónico en pan, carbamato de etilo en bebidas alcohólicas o aromatizantes en chicle.

– "Grasas y compuestos en alimentos grasos", por el mismo autor, que versa sobre la utilidad de los ésteres metílicos en el análisis de grasas, incluyendo también varios ejemplos de determinaciones de diferentes compuestos (oxiácidos, esteroides, aceites bromados...).

– "Componentes del aroma", por G. Takeoka, dedica numerosas páginas a describir la metodología

de trabajo con productos volátiles, incluyendo prefraccionamientos, y las aplicaciones concretas se citan a lo largo del texto.

– "Estereodiferenciación de compuestos quirales y compuestos del aroma", por K-H. Engel, da un breve repaso general a las sucesivas aproximaciones a este difícil tema: métodos de preparación de diastereoisómeros y varias generaciones de fases estacionarias quirales (poliamidas, organometálicos y ciclodextrinas).

– "Compuestos de alto peso molecular", por R. Hardt, tras unas breves consideraciones sobre el trabajo a alta temperatura, describe algunos ejemplos que abarcan lípidos (análisis de triglicéridos) proteínas (derivados de aminoácidos) carbohidratos (sillil derivados de mono- y oligosacáridos).

La tercera parte se titula "Análisis de residuos y contaminantes" y comprende tres capítulos:

– "Pesticidas" (incluyendo organoclorados, fosforados, etc.) y "Contaminantes" (principalmente PCBs, PBBs, dioxinas y dibenzofuranos policlorados) ambos

por E. Fürst, describen la metodología de extracción y las modificaciones instrumentales que se utilizan para el análisis de ambos grupos de sustancias.

– "Espacio de cabeza de compuestos muy volátiles", por S. Vieths, describe los procedimientos habituales en el llamado "espacio de cabeza estático" y en los de arrastre y trampa. Como aplicaciones menciona hidrocarburos halogenados, residuos de disolventes, nitrosaminas, metilmercurio, restos de monómeros y óxido de etileno.

El libro posee un buen índice temático, la bibliografía es actual, así como la metodología descrita, hay ilustraciones muy interesantes y muchos aspectos están bien resumidos. Se ofrece una perspectiva general de la utilización de la cromatografía capilar en el análisis de alimentos, pero se echa de menos un mayor desarrollo de los temas. Cada una de las tres partes de que consta el volumen hubiese necesitado un libro independiente para ser totalmente satisfactorio. Con todo, merece la pena.

* * *

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

3rd International Symposium on Applied Mass Spectrometry in the Health Sciences and 3rd European Tandem Mass Spectrometry Conference

Tendrá lugar en el Palau de Congressos de Barcelona, del 9 al 13 de julio de 1995, y será la principal reunión europea de MS de ese año

Comité Organizador

Presidente: E. Gelpí (Barcelona).
Co-presidentes: P. Derrick (Coventry) y S. Gaskell (Manchester).

Comité Local

J. Abián, D. Barceló, J. Grimalt, J. Rivera y R. Segura (Barcelona).

Comité Científico Internacional

M. Bertrand (CDN), G. Brenton (UK), A.L. Burlingame (USA), M. Claeys (B), O. Chizhov (R), M.L. Gross (USA), H.F. Grutzmacher (D), S. Hammerum (DK), Y. Hoppilliard (F), M. Karas (D), P.A. Leclercq (NL), A.I. Mallet (UK), A. Malorni (I), I. Matsumoto (J), D.S. Millington (USA), J. Monaghan (UK), R. Murphy (USA), Y. Nakagawa (J), N. Nibbering (NL), J. Peter-Katalinic (DK), J.C. Promé (F), M. Przybyslki (D), W.J. Richter (CH), P. Roepstorff (DK), M. Ryska (CZ), B. Samuelsson (S), G. Sindona (I), J. Sjovald (S), J.C. Tabet (F), P. Traldi (I) y K. Vekey (H).

Edición de los Proceedings

J.H. Beynon (Rapid Commun. Mass Spectrom.), R. Caprioli (Biol. Mass Spectrom.) y P. Derrick (Organic Mass Spectrom.).

Características del Symposium

No habrá sesiones paralelas, se dispondrá de tiempo y espacio para exhibición continuada de los carte-

les, se dispondrá de instalaciones adecuadas para exposición comercial, se prevé la posibilidad de presentar carteles de última hora (Stop Press Last Minute Posters) y se cuenta con la publicación rápida de los proceedings

Programa Científico

- Los temas para conferencias y carteles incluyen:
- Nuevos desarrollos en instrumentación y nuevas técnicas en espectrometría de masas
 - Desarrollo en espectrometría de masas en "tandem".
 - Excitación y fragmentación de iones
 - Métodos de medida de masas altas para biomoléculas.
 - Tendencias recientes y perspectivas en técnicas de espectrometría de masas acopladas a técnicas cromatográficas.
 - Aplicaciones:
 - clínicas, metabólicas y bioquímicas
 - biología molecular y biotecnología
 - química ambiental y alimentaria
 - toxicología y control de "doping"
 - métodos de ensayo de drogas y farmacología
 - estudios fundamentales y mecanismos de fragmentación de biomoléculas

Comunicaciones

Podrán presentarse en forma de carteles, ya que las orales serán por invitación. **La fecha límite para su presentación y revisión por el comité científico será el 15 de abril de 1995.** En la segunda circular se darán los detalles sobre la preparación de resúmenes y originales. Los trabajos se publicarán en volúmenes especiales de las revistas "Rapid Communications in Mass Spectrometry", "Biological Mass Spectrometry" y "Organic Mass Spectrometry", atendiendo a las indicaciones de los autores y del comité editorial. Para recibir la segunda circular, enviar el boletín adjunto. (Inscripción: 42 000 pesetas).



INSCRIPCIÓN PRELIMINAR

Deseo acudir al congreso

Deseo enviar una comunicación

Título provisional

Deseo información sobre la Exposición

Iré acompañada/o por: Al Congreso personas Acompañantes

(Prof. Dr. D. Dña.)

Apellidos

Nombre

Empresa/Centro

Dirección completa

Tel.

ext.

Fax

Firma

Fecha

VII Jornadas de Análisis Instrumental

Tendrán lugar, por primera vez, en Madrid, del 3 al 6 de abril de 1995, en el marco de Expoanalítica+Biociencia, certamen de la química analítica instrumental y de las modernas tecnologías de ensayo utilizadas en bioquímica.

Están organizadas por las siguientes sociedades:

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (RSEQ), Sociedad Española de Química Analítica, Grupo de Electroquímica (RSEQ), Grupo Espectroquímico (RSEQ y RSEF), Association of Environmental Sciences and Techniques, Comité Español de Espectroscopia (SEDO), Grupo Español de Espectroscopia, Grupo de Calorimetría y Análisis Térmico (RSEQ), Asociación para el Progreso de las Técnicas Analíticoinstrumentales y Expoquímica.

Las jornadas pretenden recoger las contribuciones al desarrollo de las ciencias de la separación (GC, HPLC, SFC, electroforesis...), del reconocimiento atómico y molecular (métodos electroquímicos, fluorescencia de rayos X, análisis de superficies, espectroscopias Raman, UV, IR, NMR, MS...) y otras relacionadas con la moderna Química Analítica (FIA, microscopia electrónica, TA, automatización, robótica y sistemas expertos...) y sus aplicaciones, con especial énfasis en los siguientes campos: alimentos, bioanálisis, calidad, combustibles y energía, fármacos, materiales y medio ambiente.

Para más información, escribir a:

VII Jornadas de Análisis Instrumental (JAI).
Avda. Reina María Cristina, Palacio núm. 1.
08004 Barcelona.

* * *

25 Reunión Bienal de la Real Sociedad Española de Química

Tendrá lugar en Vitoria-Gasteiz, del 25 al 29 de septiembre de 1994, y constará de los siguientes simposios:

- 1.-Catálisis, adsorción e ingeniería de la reacción química
 - 2.-Cinética química y fotoquímica.
 - 3.-Didáctica e historia de la química.
 - 4.-Estado sólido.
 - 5.-Estructura de la materia.
 - 6.-Macromoléculas, coloides y reología.
 - 7.-Operaciones básicas y procesos químicos industriales.
 - 8.-Química agrícola y tecnología de los alimentos.
 - 9.-Química analítica.
 - 10.-Química inorgánica.
 - 11.-Química orgánica y farmacéutica.
 - 12.-Termodinámica química y electroquímica.
- Para inscripciones o más información, escribir a:
25 Reunión Bienal RSEQ.
EVER
San Prudencio, 29, tercera planta
01005 Vitoria-Gasteiz.

* * *

Workshop on Biosensors and Biological Techniques in Environmental Analysis

Tendrá lugar en París, del 12 al 14 de septiembre de 1994, organizado por la International Association of Analytical Environmental Chemistry y la Escuela Superior de Física y Química Industriales de la Ciudad de París.

Para más información, escribir a:

Workshop Office
IAEAC
Mrs. Frei-Hausler
Postfach 46
CH-4123 Allschwil 2 (Suiza).

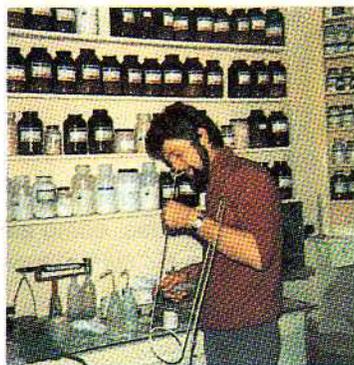
* * *

3RD INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON APPLIED MASS SPECTROMETRY IN THE HEALTH SCIENCES AND 3RD EUROPEAN TANDEM MASS SPECTROMETRY CONFERENCE

Prof. Emilio Gelpí

PALAU DE CONGRESSOS
Dept. Convencions
Ada. Reina M^a Cristina, s/n
08004 BARCELONA (Spain)

CHROMPACK 25 años



Kees Boodt empaquetando una de sus primeras columnas.

El entusiasmo, la esencia de Chrompack

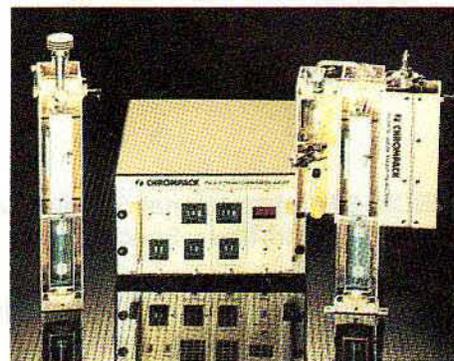
Hace 25 años, el 1 de enero de 1969, un equipo muy entusiasta, formado por Kees y Seppina Boodt, fundaron Chrompack. Su entusiasmo raramente ha decaído desde ese momento. Al cabo de los 10 años, en Chrompack trabajaban 10 personas y fabricaba la última tecnología en GC y HPLC. Hoy, emplea a más de 350 personas en todo el mundo, en investigación, ventas y servicio técnico y todos con el mismo espíritu entusiasta de sus fundadores. Todos ellos hacen a Chrompack la compañía europea más grande en su ramo y la cuarta en el mundo. ¡En sólo 25 años! Este esfuerzo de todos ha culminado con la consecución del certificado ISO 9001, el más alto galardón en calidad. En Chrompack se fabrican todos los productos desde el principio hasta el final, sujetos a las estrictas especificaciones de la norma ISO 9001.

Desde las columnas empaquetadas a las capilares más avanzadas

Se ha recorrido un largo camino antes de que el equipo de investigación y desarrollo de Chrompack consiguiera en diciembre de 1991 un método de desactivación para las innovadoras columnas Ultimetall, de tal manera que las hace más inertes que las columnas de sílice fundida. Chrompack empezó como una compañía que producía columnas empaquetadas, aunque muy pronto se convirtió en un completo suministrador de todo tipo de columnas para cromatografía de gases. Uno de los primeros grandes clientes de Chrompack, Shell Nederland, invitó a Chrompack a ser su único suministrador de columnas. Shell a su vez instruyó a Chrompack en cómo quería esas primeras columnas de acero inoxidable. Al mismo tiempo, Chrompack continuó con su programa de investigación y desarrollo hacia las columnas de vidrio... Se presentó la primera columna de vidrio en 1976.



Reproducibilidad en cromatografía de gases capilar.



El primer TCT y PTI.



Sistema de Purga y Trampa integrado.



Micro GC, el analizador de gases más rápido del mundo.

Revolución cromatográfica

A principios de los 80, los profesionales de la cromatografía experimentaron una serie de cambios revolucionarios, cuando el equipo de investigación y desarrollo de Chrompack introdujo las columnas de sílice fundida en diciembre de 1979. A esto siguieron los filtros de purificación de gases en 1980, las primeras columnas PLOT comercial en 1981.

Desde el inyector sólido a el sistema de Purga y Trampa integrado

Durante la segunda década de vida de Chrompack, se siguió una política de diversificación, debido a lo cual, en 1987, Chrompack adquirió la empresa de cromatógrafos de gases Packard Instruments BV. al cabo de un año, Chrompack introdujo un nuevo cromatógrafo de gases, que combinaba

la experiencia en fabricación de instrumentos de Packard, con el "Know-How" cromatográfico de Chrompack. Sobre este cromatógrafo de gases se han desarrollado varios analizadores específicos así como el Sistema de Purga y Trampa integrado.

11th (Montreux) Symposium on LC & MS

Tendrá lugar en Montreux (Suiza), del 7 al 11 de noviembre de 1994, organizado por la International Association of Environmental Analytical Chemistry, dedicado a LC/MS, SFC/MS, CE/MS y MS/MS. Incluirá todos los temas relacionados con dichas técnicas y sus aplicaciones ambientales, farmacéuticas y en otros campos. En el comité organizador figura Damià Barceló, del CID (CSIC) de Barcelona.

Para más información, escribir a:

Workshop Office
IAEAC
M. Frei-Hausler
Postfach 46
CH-4123 Allschwil 2 (Suiza)

* * *

ISCM 94: International Symposium on Chromatography and Mass Spectrometry in Environmental Analysis

Tendrá lugar en San Petersburgo, del 3 al 7 de octubre de 1994, organizado por la Academia Rusa de Ciencias y el Instituto Estatal de Química Aplicada.

Constará de conferencias plenarias, conferencias sobre temas específicos, comunicaciones orales y carteles, sobre aspectos fundamentales y aplicaciones de las técnicas cromatográficas y de masas en el campo del análisis ambiental.

Para más información, escribir a:

ISCMS'94
Dr. Alexander Rodin
State Institute of Applied Chemistry

Dobrolubov ave., 14
197198 St. Petersburg, Rusia.

* * *

HPLC 95

Tendrá lugar en Innsbruck (Austria), del 28 de mayo al 2 de junio de 1995.

Este congreso incluye todos los temas relacionados con HPLC y técnicas relacionadas, como electroforesis capilar. Constará de conferencias plenarias y sesiones paralelas de carteles.

Para más información, escribir a:

HPLC'95 Secretariat
Tyrol Congress
Rennweg 3
A-6020 Innsbruck, Austria.

* * *

International Ion Chromatography

Tendrá lugar en Turín, Italia, del 19 al 22 de septiembre de 1994, sobre los avances teóricos y prácticos de la cromatografía iónica y la electroforesis capilar en la separación y determinación de pequeños iones orgánicos e inorgánicos.

Para más información, escribir a:

Century International
P.O. Box 493
Medfield, MA 02052 (USA)
Fax: 1-508-359 8778

* * *

Noticias del GCTA

PRÓXIMA REUNIÓN

Programa científico

Tendrá lugar en Peñíscola (Castellón), del 19 al 21 de octubre de 1994. Durante la misma tendrá lugar la Junta General del Grupo. Centrará su interés en los siguientes temas:

- Cromatografía de gases.
- Cromatografía de líquidos.
- Cromatografía en plano.
- Cromatografía de fluidos supercríticos.
- Electroforesis capilar.
- Técnicas acopladas.
- Técnicas de preparación de muestra
- Separaciones quirales.
- Quimiometría.

Y sus aplicaciones en el análisis ambiental, bioquímico, farmacéutico, alimentario, petroquímico, toxicológico, industrial, etc. Además de las comunicaciones, que serán carteles en su mayor parte, se impartirán las siguientes conferencias plenarias:

- Resolución de enantiómeros. Presente y futuro", por M. Herráiz, del Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC), de Madrid; "Chiral chromatography", por F. Gasparini, de la Universidad "La Sapienza", de Roma; "The importance of stereospecific bioanalytical monitoring in preclinical and clinical drugs developed programmes", por J. Caldwell, del St. Mary's Hospital Medical School de Londres; "Aportaciones de la cromatografía de gases al estudio de los cambios climáticos", por J. Grimalt, del Centro de Investigación y Desarrollo de Barcelona; "Trace analysis of pesticides and their metabolites using coupled chromatography techniques", por P. van Zoonen, del Instituto de Salud Pública y Protección Ambiental de Bilthoven (Holanda); "Capillary LC for enhanced sensitivity in LC-ESI/MS", por J. P. Chervet, de LC Packings de Amsterdam, y "Advances in capillary electrophoresis of proteins and nucleic acids", por S. di Biase, del Instituto del Cáncer de Nápoles.

Tendrán también lugar dos mesas redondas, sobre "HPLC-Masas" y "Electroforesis capilar".

Cursos

Se impartirán tres cursos de especialización pre-congreso, como viene siendo habitual, de un día de duración, sobre "Cromatografía de gases capilar: nuevos desarrollos en tecnología de columna e instrumentación", coordinado por J. M. Bayona, del CID (CSIC); "Pretratamiento y análisis de plaguicidas en aguas", coordinado por D. Barceló, de mismo centro, y "Electroforesis capilar", coordinado por L. Puignou, de la Universidad de Barcelona.

Becas

También se concederán becas de asistencia a la reunión. Los requisitos son: ser miembro del GCTA, presentar alguna comunicación y no poseer remuneración estable, lo que se acreditará mediante carta del director de trabajo, que a su vez deberá estar inscrito en la reunión. El plazo límite de peticiones es el 15 de julio.

Información

Para inscribirse en la reunión o en los cursos y para cualquier aclaración, escribir a:

XXIII Reunión Científica del GCTA.
Laboratori de Bromatologia i Toxicologia
Facultat de Farmacia
Av. Vicent Andrés Estellés, s/n
46100 BURJASSOT (Valencia)

* * *

NUEVOS SOCIOS DEL GCTA

Fernández Fournier, Álvaro
General Moscardó, 9
28020 MADRID

Tomás Brufau, Josep Maria
División de Reactivos
IGODA, S.A.
Ctra. Nac. 152, Km. 19
08100 MOLLET DEL VALLÉS

Cugat Fiter, Ignacio
Escola Superior d'Agricultura
Urgell, 187
08036 BARCELONA

Valverde García, Antonio
Dpto. de Química Inorgánica
Universidad de Almería, Campus Universitario
04071 ALMERÍA

García Jiménez, Gloria
Olcesa
Ctra. Madrid-Valencia, Km. 80,200
16400 TARANCÓN (Cuenca)

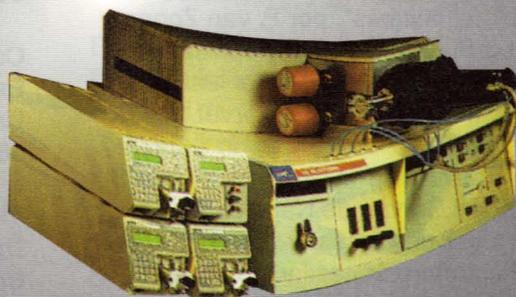
Folch Ejarque, Inma
Institut Químic de Sarrià
Avda. Institut Químic de Sarrià, s/n
08017 BARCELONA

NOVEDADES

- **INYECTOR PARA GRANDES VOLÚMENES (LVI)**
Una nueva dimensión en el análisis de trazas, mediante la introducción de hasta 500 microlitros de muestra en el Cromatógrafo de Gases
- **NPD-80 FL:**
Nuevo detector termoiónico sin llama para análisis de trazas de N y P, ultra sensible
- **AS 800 GEMINIS:**
Nuevo sistema cromatográfico con doble muestreador, para doblar la productividad de su laboratorio
- **PHOENIX 40:**
Nueva bomba para microHPLC
- **MD 800:**
Nueva Familia de Detectores de Masas de sobremesa GC/MS para trabajar en EI, EI/CI+, EI/CI+/CI-
- **PLATFORM:**
El primer Espectrómetro de Masas LC/MS de sobremesa de altas prestaciones dedicado a interfases a presión atmosférica ESI y AP ci
- **PLATFORM II:**
Espectrómetro de Masas de altas prestaciones en GC-LC/MS, de sobremesa
- **QUATTRO II:**
Lo último en Espectrometría de Masas de Triple Cuadropolo GC-LC/MS/MS para biopolímeros y análisis químico general
- **TOFSPEC:**
Nuevos Espectrómetros de Tiempo de Vuelo de geometría extendida MALDI-TOP
- **XCHROM para Windows NT:**
El primer software cromatográfico en NT para instalar en red, y soportado por PC
- **VG LIMS Cliente Servidor:**
La solución más avanzada en la Gestión Total del Laboratorio
- **NA 1000:**
Analizador elemental para determinación de Nitrógeno/Proteína, de manera rápida y automática



HRGC Mega 2



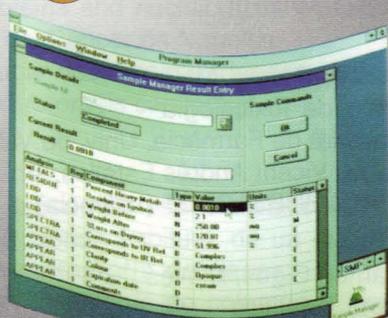
LC/MS Platform

FISO



GC/MS MD 800

NS
Instruments



VG LIMS

MADRID

Avda. de la Industria, 32
28100 Alcobendas (MADRID)
tel.: (91) 661 06 42
(91) 661 53 14
fax: (91) 661 53 80

BARCELONA

C/ Acero, 30-32, plta, 2, mod. 3
Edificio SERTRAM
08038 BARCELONA
tel.: (93) 223 09 18
(93) 223 09 20
fax: (93) 223 09 82

BILBAO

C/ Nicolás Alcorta, 4 bis, mod. 20
48003 BILBAO
tel.: (94) 444 76 70
fax: (94) 444 72 44

SEVILLA

Edificio WORLD TRADE CENTER
Isla de La Cartuja
41092 SEVILLA
tel.: (95) 448 82 58
fax: (95) 448 82 59

FISONS
Instruments

Viana Fresquet, Estefanía
Guardia Civil 20-3-13
44020 VALENCIA

Olivella Caldriach, Lourdes
CID-CSIC
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Pujola i Cemill, Montserrat
Escola Superior d'Agricultura
Urgell, 187
08036 BARCELONA

Da Silva de Campos, María Pilar
Dpto. Química Analítica
Facultad de Ciencias
Universidad Autónoma de Madrid
28049 MADRID

Celma Lezcano, Carlos
Dpto. de Espectrometría de Masas
S.A. Lasa
Laureà Miró, 395
08980 SANT FELIÚ DE LLOBREGAT

Mangas de Arriba, Eva
Institut Químic de Sarrià
Av. Instituto Químico, s/n
08017 BARCELONA

Barrio i Anguera, María Eugenia
Institut Químic de Sarrià
Avda. Institut Químic de Sarrià, s/n
08017 BARCELONA

Redondo Marín, M^a Jesús
Virgen del Socorro, 67, 8^a C
03002 ALICANTE

Ruiz Lera, M^a José
Masía del Porvenir, s/n AC 44
46117 BETERA (Valencia)

Esplugues Sánchez, Julia
Pianista Amparo Iturbe, 32, esc. 1, pta. 18
46007 VALENCIA

Picó i García, Yolanda
Laboratori de Toxicologia
Facultat de Farmàcia, Univ. de Valencia
Avda. Vicent Andrés Estellés, s/n
46100 BURJASSOT (Valencia)

López Sabater, M^a Carmen
Dpto. Nutrición y Bromatología
Facultat de Farmàcia
Avda. Juan XXIII, s/n
08028 BARCELONA

La Poza Vinuesa, José M^a
Dpto. de Química Analítica
Facultad de Ciencias, Univ. de Barcelona
Diagonal, 647
08028 BARCELONA

Burgos Savall, Virginia
Juan Llorens, 16-21
46008 VALENCIA

Torres Escribano, Carmen María
Lab. de Toxicología
Facultat de Farmàcia, Univ. de Valencia
Avda. Vicent Andrés Estellés, s/n
46100 VALENCIA

Moreno Arribas, M^a Victoria
Inst. de Fermentaciones Industriales
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

Ibáñez Gómez, Matilde
Dpto. de Toxicología
Facultad de Farmacia, Univ. de Valencia
Avda. Vicente Andrés Estellés, s/n
46100 BURJASSOT (Valencia)

Moltó Cortés, J. Carlos
Avda. Primado Reig, 48
46010 VALENCIA

Díaz Ferrero, Jordi
Institut Químic de Sarrià
Avda. Institut Químic de Sarrià, s/n
08017 BARCELONA

Adellac Moreno, Ana
Inst. Nacional de Higiene y Seguridad
Torrelaguna, 73
28027 MADRID

Benito Barreda, Inés
Dpto. Química Analítica
Facultad de Ciencias, Univ. de Alcalá
Ctra. Madrid-Barcelona, Km. 33,600
28871 MADRID

Santes García, M^a Julia
Dpto. de Toxicología
Facultat de Farmàcia, Univ. de Valencia
Avda. Vicent Andrés Estellés, s/n.
46100 BURJASSOT (Valencia)

Sarrión Ciges, Nieves
Dpto. Analítica
Facultad de Física y Química
Diagonal, 647
08028 BARCELONA

Empresas colaboradoras

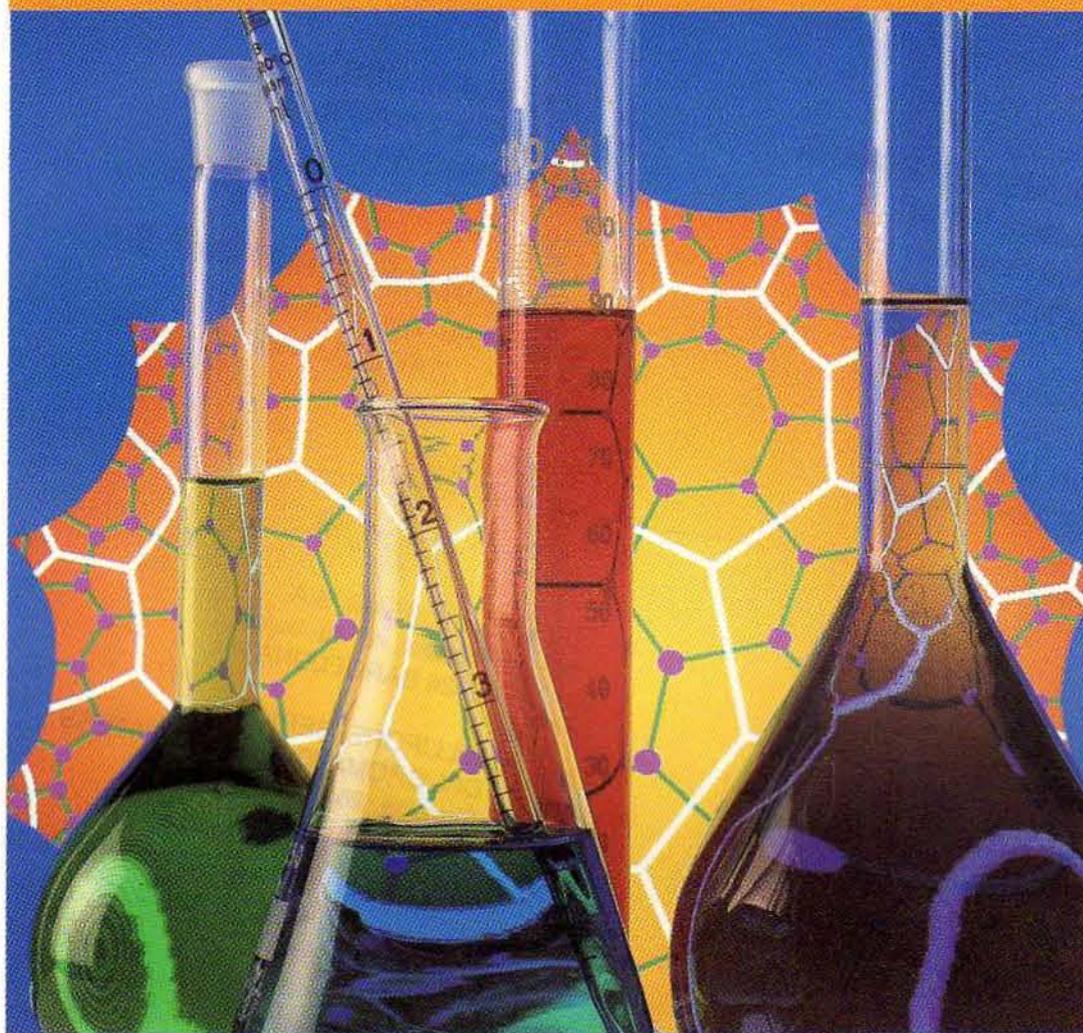
PROTECTORAS

- FISIONS INSTRUMENTS ESPAÑA
Avda. de la Industria, 32, 3º
Políg. Ind. de Alcobendas
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
 - 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
 - PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.
General Vives, 25-27
08017 BARCELONA
-

ASOCIADAS

- BECKMAN INSTRUMENTS
ESPAÑA, S.A.
Avda. del Llano Castellano, 15
28034 MADRID
- GOMENSORO, S.A.
Aguacate, 15
28044 MADRID
- IZASA, S.A.
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- KONTRON, S.A.
Salvatierra, 4
28034 MADRID
- KROMXPEK ANALITICA, S.A.
Ctra. Cerdanyola, 65-67
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- MERCK FARMA Y QUÍMICA, S.A.
Polígono Merck
08100 MOLLET DEL VALLÉS
(Barcelona)
- MICROBEAM, S.A.
Trobador, 43-45, bajos
08026 BARCELONA
- MILLIPORE IBERICA.
DIV. CROMATOGRÁFICA WATERS
Entenza, 28
08015 BARCELONA
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DEL OXIGENO
Paseo de Recoletos, 18-20
28001 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CARBUROS METÁLICOS
Plaza de Cronos, 5
28037 MADRID
- SUGELABOR
Sicilia, 36
28038 MADRID
- TEKNOKROMA
Ctra. Cerdanyola, 71, 2º
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- VARIAN-IBÉRICA, S.L.
Avda. Pedro Díez, 25, 3º
28019 MADRID

MADRID 3-6 ABRIL 1995 ■ Parque Ferial Juan Carlos I



7^{as} JORNADAS DE
**ANALISIS
INSTRUMENTAL**
JAI



Organizadas por:
EXPOQUIMIA
y Asociación para el Progreso de las
Técnicas Analíticoinstrumentales



EXPOANALITICA
+ BIOCIENCIA



SECRETARIA: Avda. Reina M^a Cristina, Palacio n^o 1 - 08004 Barcelona (España)
Tel. (93) 423 31 01 - Fax (93) 423 63 48 y 423 86 51

Análisis de los iones e hidratos de carbono de la miel mediante cromatografía iónica

Aguirre M. y Armijo F.

Laboratorio de Aplicaciones de Hucoa-Erlöss

INTRODUCCIÓN

El Diccionario de la Real Academia de la Lengua define la miel como la "sustancia viscosa amarillenta y muy dulce que producen las abejas transformando en su estómago el jugo de las flores".

Esta literaria definición nos pone sobre aviso de dos cualidades de esta sustancia; la complejidad de su composición, fruto de su origen como subproducto de un ser vivo y su riqueza en hidratos de carbono con capacidad edulcorante.

Efectivamente, la miel es una de las más complejas mezclas de hidratos de carbono que se han encontrado en la naturaleza; en su composición predominan la glucosa y la fructosa, con un 65-75% del total de sólidos solubles, habiéndose identificado también 11 disacáridos, 11 trisacáridos y otros oligosacáridos más complejos (1, 2).

Otras sustancias que se han encontrado en la miel son dextrinas, sustancias albuminoideas, ácidos orgánicos, iones inorgánicos y elementos metálicos (3).

Ante esta compleja composición y teniendo en cuenta la importancia que desde tiempos remotos se ha concedido a este alimento, su análisis ha constituido un reto para los analistas que han utilizado las mejores técnicas disponibles para conocer y cuantificar los componentes de la miel.

ANÁLISIS DE LOS HIDRATOS DE CARBONO

Técnicas analíticas

A lo largo del tiempo se han utilizado para el análisis de estas sustancias distintas técnicas: refractométricas, polarimétricas, químicas, enzimáticas y cromatográficas.

– Técnicas cromatográficas

Dentro de este apartado de técnicas de tipo físico, debemos citar, aunque sólo sea de pasada la **cromatografía en capa fina**, método sencillo pero que únicamente permite una aplicación cualitativa (5) y la **cromatografía en fase gaseosa**, utilizada por muchos autores, aunque presenta algunos inconvenientes (6).

Los principales problemas de esta técnica en el análisis de hidratos de carbono radican en: la pequeña tensión de vapor de estas moléculas, que necesitan, en muchos casos, la preparación previa de derivados volátiles, la degradación térmica que pueden sufrir por el calentamiento en la columna y la comple-

jidad de los cromatogramas incluyendo formas α y β . La solución de estos inconvenientes se ha conseguido con la aplicación de la cromatografía de líquidos.

– Cromatografía en fase líquida

Dentro de este apartado debemos considerar la HPLC y la cromatografía iónica con detección por amperometría de pulsos de la firma Dionex representada en España por Hucoa-Erlöss.

La HPLC resulta una técnica adecuada para el análisis de azúcares, sin necesidad de preparar previamente derivados volátiles, con las columnas trabajando a temperatura ambiente y utilizando como fases móviles eluyentes de fácil preparación (4).

Donde quizás radique la debilidad de esta técnica sea en los sistemas de detección, puesto que dado el bajo coeficiente de absorción de los hidratos de carbono en el ultravioleta es necesario utilizar técnicas de reacción postcolumna o emplear la refractometría con las limitaciones debidas a su baja sensibilidad, selectividad, incompatibilidad con el uso de gradientes y necesidad de una buena termostatación.

– La **cromatografía iónica** se puede utilizar para el análisis de azúcares por el hecho de que a pH básico, superior a 12, estos compuestos se comportan como ácidos débiles, ionizándose total o parcialmente, pudiéndose así separar por intercambio iónico (7).

Para ello se utilizan columnas como la **CarboPac PA-1**, con un relleno formado por esferas de 5 a 10 μm de diámetro, de polietileno divinil-benceno, recubiertas de microfórfulas de 0,1 μm de diámetro, fabricadas con látex y que portan los grupos activos de amonio cuaternario con una capacidad de 100 ueq por columna.

En cuanto a la detección, el **detector amperométrico de pulsos (PAD)** aprovecha que las moléculas de los hidratos de carbono resultan electroquímicamente activas debido a la presencia de alcoholes secundarios en sus estructuras que son capaces de oxidarse a un potencial específico.

La corriente de oxidación producida resulta directamente proporcional a la concentración de azúcares en la muestra. En el curso de esta reacción electroquímica los productos de la oxidación de los azúcares se depositan sobre el electrodo de trabajo; para evitar este inconveniente se le somete a tres potenciales sucesivos siguiendo un ciclo rápido y repetitivo.

El flujo de corriente se mide solamente durante un corto lapso de tiempo, período real de detección, empleándose los potenciales adicionales más positivos y más negativos, para descargar los productos de reacción de la superficie del electrodo.

Esta técnica presenta un gran número de ventajas, como la especificidad, debido a que solamente las moléculas que poseen grupos alcohólicos secundarios responden al potencial específico de + 0,05 voltios, la sensibilidad que permite medir fácilmente concentraciones de azúcares del orden de 1 mg/L en la solución inyectada y la posibilidad de resolver matrices muy complejas utilizando gradientes de elución (4).

ANÁLISIS DE IONES INORGÁNICOS

Otros de los compuestos presentes en la miel son los iones inorgánicos. Durante mucho tiempo solamente se ha determinado el contenido en cenizas, que podía dar una idea aproximada de la cantidad de estos compuestos existentes en la muestra (3).

Para la determinación de los cationes K, Na, Mg y Ca, varios autores (8) han utilizado la espectrofotometría de absorción atómica, partiendo de las cenizas calcinadas.

En el análisis de los aniones se han empleado las técnicas normales en la química húmeda y en los últimos tiempos la **cromatografía iónica con supresión química** (9). Esta técnica ha demostrado sobradamente sus amplias posibilidades de análisis de iones en muestras acuosas, como lo demuestra su inclusión como técnica oficial en los métodos normalizados APHA, AWWA, WPCF y EPA (10).

La mínima concentración detectable de un ión es función del tamaño de la muestra y de rango de conductividad utilizado, generalmente se acepta un valor de 0,1 mg/l para un equipo configurado como el de este trabajo (10).

En nuestro caso, para el análisis de aniones se ha utilizado como columna separadora la **IonPac AS4A-SC** con un relleno de partículas poliméricas microporosas de 13 µm de diámetro.

Estos núcleos están fabricados de etilvinilbenceno entrecruzado con un 55% de divinilbenceno y recubiertos de una capa de microesferillas de látex de 160 nm de diámetro, portadoras de los grupos alcohol amonio cuaternario con una capacidad de intercambio aniónico de 5 µeq por columna.

Para la separación de los cationes se ha utilizado una columna IonPac CS12 diseñada para resolver isocráticamente los cationes monovalentes y divalentes en menos de diez minutos con eluyentes diluidos.

La fase estacionaria está formada por partículas macroporosas de 8,0 µm de diámetro de etilvinilbenceno entrecruzado con divinilbenceno que proporciona una superficie de 300 m²/g.

Estas esferillas están recubiertas de una capa de intercambiadores catiónicos hidrofóbicos de tipo ácido carboxílico, que le proporcionan una gran eficacia, con una capacidad de 2,8 meq por columna.

Se ha utilizado un **detector de conductividad** con una columna de supresión química previa que disminuye la conductividad del eluyente, aumenta la del analito y elimina los contrastes de la muestra,

aumentando extraordinariamente la eficacia del detector.

Con la columna separadora de aniones AS4A-SC hemos utilizado la clásica **supresora de micromembrana, AMMS-II** , con ácido sulfúrico 25 mM como regenerante. Esta supresora está formada por dos membranas laminares de intercambio catiónico, que separan las almohadillas por donde circulan interiormente el eluyente y exteriormente el regenerante.

En el caso de la columna CS12 hemos empleado la moderna **CSRS, supresora autorregenerante de cationes** , en la que además del conjunto de membranas laminares de intercambio aniónico y almohadillas de circulación se incluyen dos electrodos.

Estos electrodos generan, a partir de moléculas de agua del regenerante, hidrogeniones en el ánodo e hidroxiliones en el cátodo, estos últimos atraviesan la membrana y reaccionan con los hidrogeniones del eluyente, mientras que el anión metanosulfónico atraviesa la membrana eliminándose a su vez del eluyente.

Como regenerante puede utilizarse, bien agua desionizada, bien el propio eluyente una vez que ha pasado a través de la célula de conductividad, simplificando y abaratando el sistema.

Análisis de hidratos de carbono

Se ha utilizado un cromatógrafo iónico, DX-300 con detector amperométrico de pulsos PED-2 Dionex.

Parámetros cromatográficos

Columnas: CarboPac PA-1 Guard, CarboPac PA-1

Eluyente 1: 150 mM NaOH.

Eluyente 2: 150 mM NaOH.

150 mM CH₃COONa

Eluyente 3: H₂O

Flujo eluyente: 1 ml/min.

Gradiente de concentración:

Tiempo (min)	% E1	% E2	% E3
0,0-01,0	24	1	75
1,0-13,8	24-75	1	75-24
13,8-19,5	75	1	24
19,5-30,5	0	20	80
30,5	0	100	0

Presión de trabajo: 1230 psi

Rango:

Desde inyección hasta 8,0 min.: 100 nC

Análisis de glucosa y fructosa: 1 µC

Desde 14,5 min. hasta final análisis: 100 nC

Línea base: 6,5 nC

Lazo de muestreo: 25 µL

Programa detector nº 1

Patrón

El patrón utilizado contiene cuatro azúcares con la siguiente concentración y tiempos de retención:

Glucosa	93,75 mg/L	8,79 min.
Fructosa	93,75 mg/L	10,42 min.
Sacarosa	18,75 mg/L	16,28 min.
Maltosa	5,00 mg/L	26,57 min.

Véase cromatograma adjunto. (Fig. 1).

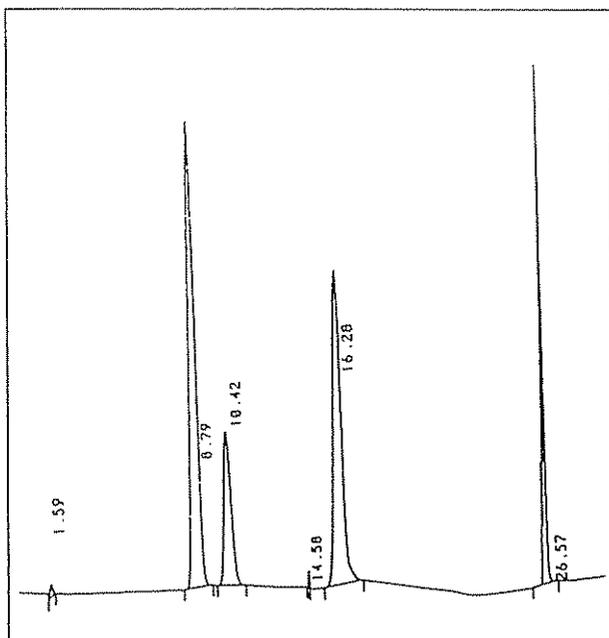


Fig. 1.-Patrón azúcares

Muestras

Dos muestras de miel se disolvieron en agua ultrapura: en concentraciones de 314,7 mg/l la A y 322,7 mg/L la B y se filtraron a través de un Gelman de 0,2 μm , analizándose según los parámetros citados, obteniéndose cromatogramas como el de la figura 2 correspondiente a la muestra B.

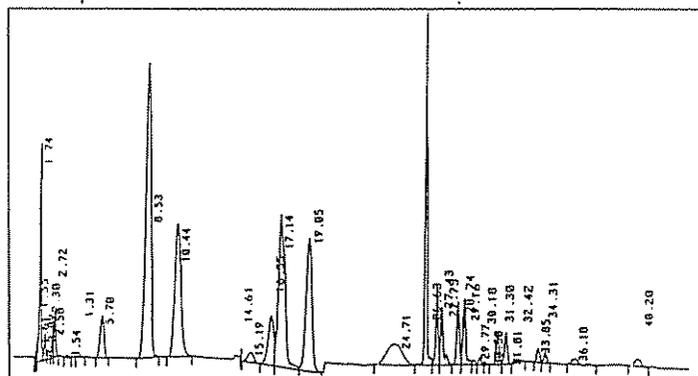


Fig. 2.-Azúcares miel B

RESULTADOS

Como en nuestro laboratorio carecemos de patrones de todos los azúcares existentes en la miel, este análisis está realizado principalmente desde el punto de vista cualitativo.

En el cromatograma se observan alrededor de 20 picos de azúcares y se identifican claramente, por los tiempos de retención, los picos de glucosa, fructosa, sacarosa y maltosa.

Hay que destacar que los picos correspondientes a glucosa y fructosa están, tanto en el patrón como en la muestra, analizados en un rango 10 veces superior al de los otros azúcares, para mostrarlos en un sólo cromatograma.

Los cuatro azúcares utilizados en el patrón se han podido cuantificar en las dos muestras de miel con los siguientes resultados:

Azúcares	Muestra A	Muestra B
Glucosa	31,90 %	25,27 %
Fructosa	41,60 %	38,39 %
Sacarosa	0,08 %	0,28 %
Maltosa	0,87 %	1,66 %

Análisis de iones inorgánicos

Se ha utilizado un cromatógrafo iónico DX-100, con detector de conductividad y supresión química Dionex trabajando con los parámetros cromatográficos siguientes

Parámetros cromatográficos	Aniones	Cationes
Columnas separadoras	AG4A-SC AS4A-SC	CG12 CS12
Columnas superadoras	AMMS II	CSRS
Eluyente	2,0 mM Na_2CO_3 0,75 mM NaHCO_3	20 mM ácido metanosulfónico
Flujo de eluyente	2 mL/min	1 mL/min
Regenerante	25 mN H_2SO_4	-
Flujo regenerante	3 mL/min	-
Presión de trabajo	1830 psi	1 480 psi
Lazo de muestreo	50 μL	50 μL

Soluciones patrón

Se ha utilizado una solución patrón de aniones que contiene:

Cl^-	5 ppm	1,81 min
Br^-	1 ppm	3,39 min
NO_3^-	2 ppm	3,90 min
HPO_4^{2-}	5 ppm	6,79 min
SO_4	25 ppm	7,78 min

La solución patrón de cationes contiene:

Li^+	1 ppm	4,03 min
Na^+	5 ppm	4,75 min
NH_4^+	5 ppm	5,53 min
K^+	5 ppm	7,11 min
Mg^{++}	5 ppm	8,89 min
Ca^{++}	10 ppm	11,01 min

Con estas soluciones se ha calibrado el equipo por el método de patrón externo.

Muestras

Las dos muestras de miel españolas se disolvieron en agua ultrapura. Muestra A: 9,964 g/L para el análisis de aniones y cationes. Muestra B: 10,589 g/L para el de aniones y 5,294 g/L para el de cationes.

Resultados

En las figuras 3 y 4 se muestran un cromatograma de aniones y otro de cationes de la muestra de miel B. En la figura 3 hay un cambio de rango: hasta el minuto 5,68 es 30 μS y desde el 5,68 es 3 μS y en la figura 4 hasta el minuto 6,00 es 3 μS y desde 6,00 es 30 μS . Los resultados de ambas muestras se resumen en la tabla siguiente.

Iones	Muestra A	Muestra B
Cl ⁻	157,3 ppm	119,2 ppm
HPO ₄ ²⁻	211,7 ppm	177,2 ppm
SO ₄ ²⁻	147,5 ppm	193,2 ppm
Na ⁺	8,8 ppm	19,8 ppm
NH ₄ ⁺	17,3 ppm	24,9 ppm
K ⁺	1076,8 ppm	2.200,9 ppm
Mg ²⁺	66,5 ppm	134,6 ppm
Ca ²⁺	92,8 ppm	93,7 ppm

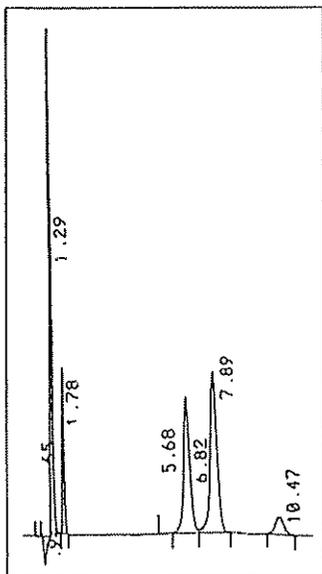


Fig. 3 -Aniones miel B

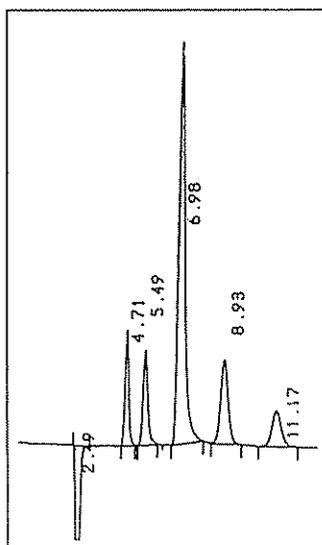


Fig. 4 -Cationes miel B

Conclusiones

La cromatografía iónica con detector de conductividad y supresión química puede analizar los aniones y cationes de muestras de miel de manera precisa y sensible; en estas condiciones de trabajo el límite de detección del método resultó ser de 3,75 ng y el de cuantificación de 9,4 ng inyectados, para el ión con menos sensibilidad, el sulfato.

Esta misma técnica cromatográfica pero con detector amperométrico de pulsos resulta una eficaz técnica de trabajo a la hora de analizar los hidratos de carbono en matrices tan complicadas como la miel. En este caso, el límite de detección del método resulta ser de 300 pg inyectados, para la glucosa.

BIBLIOGRAFÍA

- LOW N H.; SPORNS P
Analysis and Quantitation of Minor Di and Trisaccharides in Honey, Using Capillary Gas Chromatography
J. Food Sci. 1988, 53 (2), 558-561.
- SIDDIQUI H. R.; FURGALA B
Isolation and Characterization of Oligosaccharides from Honey. Part II.
J. Apic. Res. 1968, 7 (1), 51-59
- VILLAVECCHIA V
Tratado de química analítica aplicada.
Editorial Gustavo Gili, 1963, Barcelona. 183-187
- PESCHET J L.; GIACALONE A.
La chromatographie ionique couplée à l'ampérométrie pulsée.
IAA Cahier Scientifique et Technique, 1991, 108, 583-586.
- TATE M. E.; BISHOP C T.
Thin Layer Chromatography of Carbohydrate Acetates.
Can. J. Chem. 1962, 40, 1043-1048
- SERRA BONVEHI J.; GÓMEZ PAJUELO A.
Determinación de la miel adulterada.
Alimentación Equipos y Tecnología 1986, Julio/Agosto 143-147
- SWALLOW K.; LOW N H.
Analysis and Quantitation of Carbohydrates in Honey Using High-Performance Liquid Chromatography.
J. Agric. Food Chem. 1990, 38, 1828-1832
- SERRA BONVEHI J
Características físico-químicas. Composición de la miel de eucalipto producida en España.
Anales de Bromatología 1989, XLI 1, 41-56.
- PÉREZ-CERRADA M.; HERRERO-VILLEN M.A.; MAQUIEIRA A.
Sugar-rich Food: Determination of Inorganic Anions by Ionic Chromatography.
Food Chemistry 1989, 34, 285-294
- APHA-AWWA-WPCF
Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales.
Díaz de Santos, 1992, Madrid, 4-3

* * *

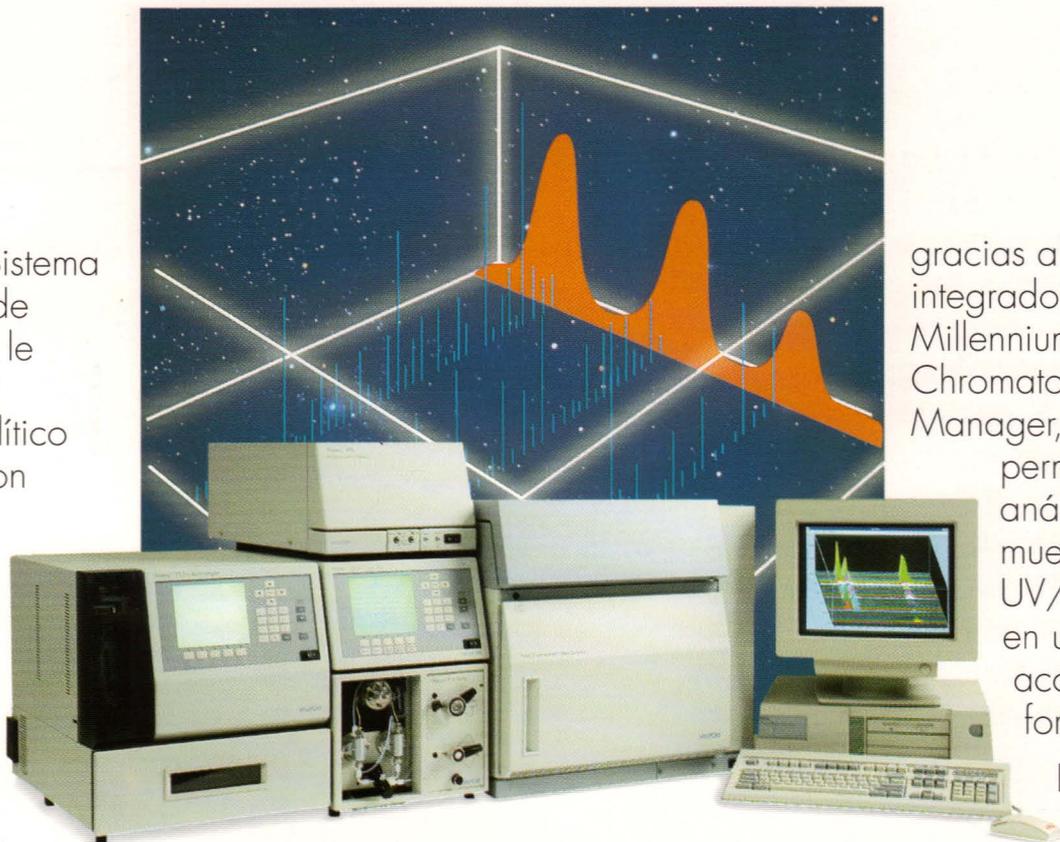
Nuevo Sistema Integrity™ de Waters.

El nuevo Sistema Integrity de Waters™ le ofrece todo el potencial analítico de la HPLC con detección por fotodiodos y espectrometría de masas, integradas en un mismo equipo. Esta combinación LC-MS, presentada por primera vez como sistema de sobremesa, permite un acceso fácil y directo de la HPLC a la espectrometría de masas.

No necesita usted ser un experto en MS

Usted no ha de ser especialista en MS para obtener toda la información espectral de sus muestras. El Sistema Integrity ha eliminado la tradicional complejidad de esta técnica, y le permitirá obtener respuestas de forma rápida y sencilla.

La optimización del sistema y la gestión de los resultados se simplifican enormemente



Identificación y confirmación de compuestos mediante detección por fotodiodos y espectrometría de masas integradas.

gracias al software integrado en el Millennium® Chromatography Manager, que permite el análisis de sus muestras por UV/VIS ó MS en un mismo y accesible formato.

El nuevo Sistema Integrity de Waters le dará todos los recursos de detección que usted precisa para la

identificación y confirmación de compuestos, y las herramientas de validación imprescindibles para el cumplimiento de las GMP/GLP.

Para más información, llame a su especialista Waters más próximo:

Barcelona: 93-325 96 16

Madrid: 91-729 03 00

Sevilla: 95-425 68 77.

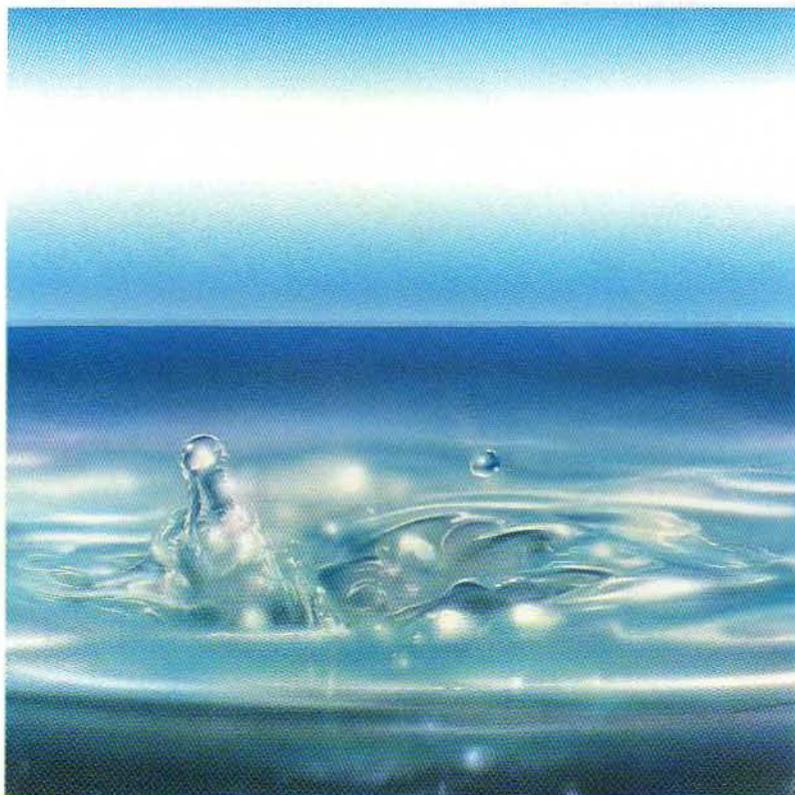
Dé alas a su imaginación.



Waters
Division of MILLIPORE

Agua ultrapura para HPLC, GC, GC/MS, IC, AA, análisis de COT, cultivo celular, fertilización in vitro, ingeniería genética, microelectrónica...

Un nuevo patrón de calidad de agua:



© 1994, Millipore Corporation. Milli-Q y Milli-Q Plus son marcas de Millipore Corporation.

Grado "Milli-Q₁₈₅ Plus". No se conforme con menos.



Hasta hoy, las aplicaciones más críticas utilizaban agua de tipo I, grado "reactivo", según los patrones de calidad de agua publicados por ASTM, ISO y otras organizaciones. Hoy, el avance de las técnicas instrumentales y biológicas ha hecho que el agua de tipo I no sea suficiente, especialmente en cuanto a su contenido en materia orgánica.

Por ello, Millipore ha establecido un nuevo patrón de calidad, el grado "Milli-Q₁₈₅ Plus": agua ultrapura de calidad superior a la del tipo I (COT menor de 5 ppb y resistividad real de 18,2 M Ω ·cm).

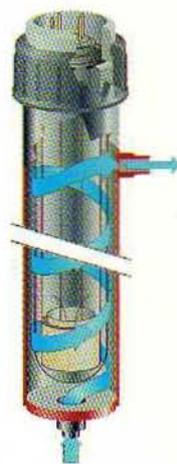
Para recibir documentación técnica sobre la nueva tecnología de foto-oxidación U.V. Millipore y el sistema Milli-Q₁₈₅ Plus, póngase en contacto con la División Analítica de Millipore Ibérica, S.A.:

Avda. Llano Castellano, 13 - 3^o

E-28034 Madrid

Teléfono: (91) 729 03 00

Fax: (91) 729 29 09



Nueva
tecnología
de foto-
oxidación
U.V.
Millipore

MILLIPORE

PERKIN-ELMER

SEMINARIO DE LOS SISTEMAS INFORMATICOS EN VALIDACIÓN Y GARANTÍA DE CALIDAD

VIII Universidad Técnica de Verano de Cataluña, Palacio Maricel de Sitges, 19-20 de septiembre de 1994

Los sistemas informáticos en la validación de los procesos productivos y en la garantía de calidad. Aplicaciones a la industria farmacéutica, alimentaria y del medio ambiente

La informática, como herramienta fundamental en la mayoría de actividades presentes en el mundo industrial, está sujeta en la actualidad a las nuevas necesidades y requisitos legales que inciden en el mundo industrial y muy especialmente en aquellos sectores con implicaciones directas en el campo de la salud, tales como la industria farmacéutica. Por ello la evolución de los sistemas informáticos sigue una línea dirigida a ofrecer elementos que permitan cubrir las nuevas necesidades, tanto en el campo de la garantía de calidad y acreditaciones ISO-9000, como en el cumplimiento de normativas legales, GLP/GMP, validación de técnicas y procesos, auditorías, registros a escala nacional y comunitaria, paso previo a la explotación comercial de cualquier fármaco

Asimismo, la creciente automatización de los procesos productivos y de control de calidad, tanto en el terreno industrial como, recientemente, en el medio ambiental, aumentan el grado de interrelación entre lo que tradicionalmente eran procesos o sistemas aislados, de modo que ya no es posible separar y diferenciar la información generada y procesada en las diferentes secciones o departamentos, sino que la información sigue una tendencia globalizada, es decir, la información que es importante para un departamento de control de calidad, es tan fundamental para el departamento de producción como para el almacén, y lo más importante es que debe ser conocida siempre a tiempo real por los diferentes interesados, de modo similar, en el sector financiero, al actual mercado continuo. Esta evolución ha ocasionado que se hable cada vez más de sistemas CIM (Computer Integratea Manufacturing).

Programa:

Día 21

10,00-11,00 h.:

- Problemática actual de la acreditación del laboratorio analítico en los campos industriales, alimentario y medio ambiente.

Dr. Joan Sabater Tobella. Comité Ejecutivo AOAC-Europe Section. Miembro del Comité Técnico del CEN (Comité Europeo de Normalización). Barcelona

11,00-11,30 h.: Café.

11,30-12,30 h.:

- Evolución de los Sistemas Informáticos en el sector industrial regulado por las GMP.

Dr. Octavio Colomina. Director Departamento Sistemas Informáticos Perkin Elmer Hispania Barcelona.

12,30-13,30 h.:

- GLP y validación de sistemas informáticos. Atribución de responsabilidades Dr. Daniel Epple Director General Perkin Elmer Hispania Madrid.

16,00-17,00 h.:

- Sistema informático para el cumplimiento de las GMP-ISO9000 en la industria farmacéutica: fármacos y química fina.

Dr. Raimon Pou. Director Gestión de Calidad de Laboratorios Almirall. Sant Andreu de la Barca.

17,00-18,00 h.:

- Nuevos desarrollos en C.I.M. (Computer Integrater Manufacturing) aplicados a la industria farmacéutica.

Don José Presencia, director técnico ITP Tecnológica Barcelona.

Día 22

10,00-11,00 h.:

- Operatividad en el sector petroquímico de un sistema integrado calidad-producción bajo criterios de garantía de control de calidad.

Don Eduardo Arce. Director Laboratorio Control de Calidad Repsol Petróleo. Tarragona.

11,00-11,30 h.: Café

11,30-12,30 h.:

- Nuevos modelos de gestión. Integración: producción, proceso-calidad, mantenimiento. Caso práctico.

Don Alberto Peña. Responsable Grupo Gestión de Plantas y Automatización Industrial. Andersen Consulting, Barcelona.

12,30-13,30 h.:

- Las presiones sobre la gestión empresarial derivadas de la normativa medioambiental. Características y elementos de un sistema de informatización.

Don Alfonso Tajuelo. Grupo Gestión Medio Ambiente. Andersen Consulting. Madrid

13,30 h.: Clausura

Entidades colaboradoras:

Perkin Elmer Hispania, S.A. - General Vives, 25-27, Barcelona. Andersen Consulting - Torre Picasso, Madrid. Asociación Española de Farmacéuticos en la Industria (AEFI). Col.legi de Farmaceutics de la Provincia de Barcelona, Pau Claris, 94, Barcelona. Association of Environmental Sciences and Techniques (AEST). Dep. Química. Universitat Illes Balears. Palma de Mallorca.

Para inscripciones: UNTEC, Secretaría de la Fundación Narcis Monturiol, Vía Layetana, 32, 4º, 08003 Barcelona, tels. (93) 319 11 59 y 319 66 72, fax (93) 319 63 13.

Cuota: 30.000 pesetas. Plazas limitadas.

Se realizará un 20% de descuento a los colegiados de colegios profesionales miembros de la fundación.

Se ofrecerá un número limitado de becas a los estudiantes universitarios y colegiados en paro.

Novedades técnicas

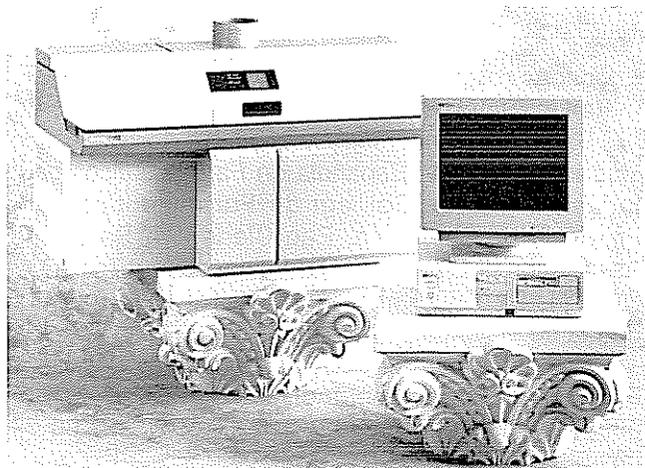


HEWLETT-PACKARD PRESENTA EL PRIMER ICP-MS DE SOBREMESA

El primer sistema ICP-MS de sobremesa HP 4500, ha sido presentado por Hewlett-Packard en la pasada edición de la Conferencia de Pittsburgh y estará a la venta en Europa a últimos de 1994. Su innovadora interfase y la tecnología de óptica de iones permiten la detección de la mayoría de los elementos, incluyendo el potasio, el calcio y el hierro, a niveles de ppt. Su alto nivel de automatización y su resistente diseño pueden eliminar la necesidad de contar con operadores especializados, haciendo que el análisis inorgánico por ICP-MS se convierta en una técnica de rutina dentro del laboratorio.

Con su entrada en el mercado de análisis inorgánico, Hewlett-Packard anuncia que cree que su ICP-MS es el primero del mundo que puede ser considerado de sobremesa. El nuevo instrumento está pasando por varias fases de lanzamiento: hizo su aparición en Japón, fue presentado en la pasada conferencia de Pittsburgh y se pondrá a la venta en Europa a últimos de este año.

Hasta ahora, los químicos han tenido que conformarse con sistemas ICP-MS voluminosos, que a menudo requerían ser instalados en laboratorios especiales y su manejo debía ser realizado por operadores especializados. El nuevo instrumento de HP combina el gran rendimiento que los químicos necesitan, con la resistencia y la facilidad de uso necesarias para que la determinación de metales a niveles de trazas por ICP-MS pueda estar al alcance del laboratorio de rutina.



Su tecnología innovadora conlleva una serie de nuevos estándares de rendimiento

El nuevo ICP-MS HP 4500 combina las tecnologías de vanguardia de su interfase y su óptica de iones

con un cuadrupolo hiperbólico para proporcionar un poder de detección sin comparación posible. El sistema de óptica de iones Omega curva el haz de iones, permitiendo al cuadrupolo y al detector ser montados fuera del eje y reduciendo el fondo aleatorio a <2 cps a lo largo del rango de masas. Esta combinación de bajo fondo y cuadrupolo de alta transmisión hace que los límites de detección se sitúen en partes por trillón (ppt) e incluso por debajo de las ppt para la mayoría de los elementos.

Además, una interfase revolucionaria conocida como ShieldTorch elimina prácticamente muchas interferencias poliatómicas, permitiendo que el potasio, el calcio y el hierro pueda ser determinados a niveles de ppt, una determinación que antes no podía lograrse por los ICP-MS cuadrupolos.

Otras innovaciones del instrumento son: el generador compacto, de estado sólido, de radio frecuencia (RF) del cuadrupolo que opera a 3.0 MHz y que proporciona una sensibilidad de abundancia excelente; y un detector de dinodo con un sistema de adquisición de modo dual que proporciona ocho órdenes completas del rango dinámico lineal.

Un operador y un laboratorio especializados dentro del sistema

El nuevo ICP-MS HP 4500 incorpora un alto nivel de automatización y facilidad de uso que pueden eliminar la necesidad de un operador especializado. Se controla totalmente a través de un PC HP Vectra; una simple pulsación del ratón pone en funcionamiento el sistema y todos sus parámetros, incluyendo el vacío, la velocidad de toma de muestra, los flujos de los gases, la potencia ICP RF, las lentes de iones, el voltaje del cuadrupolo y del detector, son controlados por el software. Los motores por pasos ajustan la posición del plasma en tres planos y la auto-sintonización inteligente optimiza el sistema automáticamente.

El laboratorio no necesita tener condiciones especiales ya que el ICP-MS HP 4500 ha sido diseñado y fabricado para funcionar en laboratorios donde las condiciones no son a menudo las ideales. El instrumento ha sido sometido a pruebas de vibración intensa, golpes, tests de temperatura y humedad durante las fases de desarrollo y es lo suficientemente resistente como para mantener un rendimiento óptimo bajo condiciones extremas.

Software de la ChemStation HP

La ChemStation HP —un PC HP Vectra configurado con software de control del instrumento— está siendo utilizada por miles de químicos analíticos en todo el mundo. La ChemStation del ICP-MS HP 4500 combina la potencia y la flexibilidad con una facilidad de uso sin precedentes. El entorno Windows de Microsoft (R) reduce la curva de aprendizaje del operador, con lo que se obtiene una rentabilidad máxima de la inversión realizada. Los nuevos operadores pueden acceder a la ayuda en línea desde cualquier parte del programa.

Las aplicaciones pueden correrse "off-line" durante la adquisición de la muestra, de forma que se puede mantener una productividad máxima. Los informes adaptados al usuario se generan muy fácilmente, ya que el sistema transfiere los datos directamente a la aplicación Excel de Microsoft, cargada en el sistema. Los gráficos y los análisis estadísticos de calidad proporcionan el control sobre el tratamiento de datos; un potente lenguaje de comandos macro permite a los usuarios adaptar a sus necesidades el software ICP-MS HP 4500. El sistema es compatible con los productos de conexión en red de la ChemLan de HP y forma parte del laboratorio unificado HP.

HEWLETT-PACKARD ESPAÑOLA CONSIGUE LA CERTIFICACIÓN ISO 9001

La Organización de Soporte de Hewlett-Packard Española, Mantenimiento de hardware & software de Sistemas, Test & Medida, Instrumentación Química, Medicina y Laboratorio de Calibración, ha obtenido el Registro de Empresa ISO 9001 otorgado por AENOR.

Este registro de empresa sitúa a la División de Instrumentación Química de Hewlett-Packard en una posición de liderazgo dentro del mercado español, ya que es la única compañía del sector que ha conseguido tan importante certificado de calidad.

Para los clientes de instrumentación analítica utilizar equipos Hewlett-Packard ha sido siempre la garantía de conseguir una solución de gran calidad a su problema concreto. Sin embargo, Hewlett-Packard, en un deseo de constante superación, ha querido hacer extensiva esta calidad a otras áreas, tales como I+D, fabricación, proceso de pedidos, entrega, instalación y, por supuesto, al soporte técnico y en ello ha empleado cuantos medios han sido necesarios.

Nos complace ahora comunicar que con fecha 27 de diciembre 1993, ha sido concedido a la Organización de Soporte Hewlett-Packard Española el certificado registro de empresa de AENOR (ISO 9001), número ER-146/1/93.

Para cumplir con los requisitos de la ISO 9001, la Organización de Soporte de Hewlett-Packard Española ha debido someterse a una serie de inspecciones exhaustivas por parte de una organización independiente y acreditada, AENOR. El rigor con que se otorga este registro de empresa es tal que no basta con obtenerlo, sino que para asegurarse de que los patrones de calidad exigidos para la certificación se mantienen, esta misma organización llevará a cabo una serie de auditorías a intervalos de 6 meses, con inspecciones a gran escala cada tres años.

Hewlett-Packard Española, S.A.
Ctra. N-VI, Km. 16,500.
28230 Las Rozas de Madrid.
Instrumentación e Informática Química.
Tels.: (91) 626 15 00 - Dpto. Ventas.
(91) 626 15 01 - Dpto. Soporte.
Télex: 23515. Fax: (91) 626 18 30.

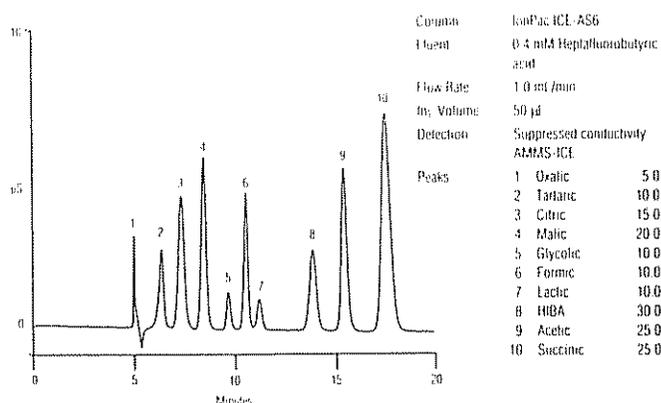


NUEVA COLUMNA PARA LA SEPARACIÓN DE ÁCIDOS ORGÁNICOS Y ALCOHOLES IONPAC ICE-AS6

Dionex Corporation ha presentado su última columna de exclusión iónica la IonPac ICE-AS6. Diseñada para una rápida separación de ácidos orgánicos de bajo peso molecular y alcoholes en matrices complejas o de elevada fuerza iónica como pueden ser: alimentos, bebidas, muestras biológicas, procesos de fermentación y aguas residuales tratadas.

Esta columna contiene una resina moderadamente hidrofóbica con grupos sulfónicos y carboxílicos que le proporcionan una gran selectividad para la separación por los mecanismos de exclusión iónica, interacción hidrofóbica y enlace de hidrógeno.

Los ácidos débilmente disociados se separan en función de sus diferencias de pK_a, consiguiéndose así separaciones hasta ahora difíciles de conseguir como el tartrato del citrato, el glicolato de lactato y formiato, el lactato del malato y el formiato del succinato.



En el gráfico se muestra un cromatograma con diez ácidos orgánicos resueltos en menos de veinte minutos.

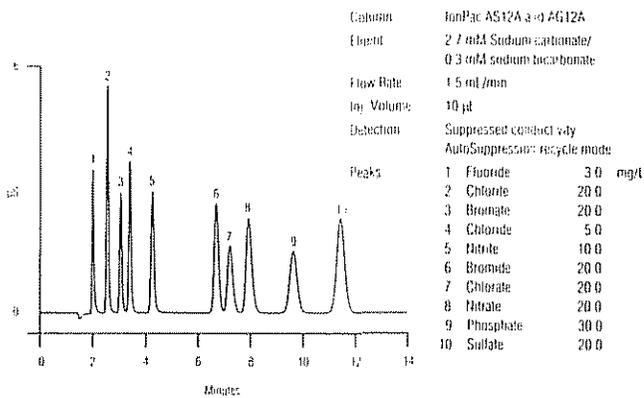
La columna ICE-AS6 es compatible con una amplia gama de detectores como los de conductividad, índice de refracción y amperometría, consiguiendo así una selectiva y sensible detección de ácidos orgánicos alifáticos y alcoholes.

NUEVA COLUMNA PARA LA SEPARACIÓN DE ANIONES INORGÁNICOS IONPAC AS12A

Dionex Corporation, representada en España por Hucoa-Erlöss, ha puesto a punto recientemente la columna AS12A diseñada para una rápida y perfecta separación de aniones inorgánicos incluidos los oxihaluros: cloritos, cloratos y bromatos.

La capacidad de resolución de esta columna se fundamenta en su relleno, constituido por esferas macroporosas poliméricas de elevado entrecruza-

miento, que soportan en su superficie la capa intercambiadora de aniones MicroBead™



La figura muestra un cromatograma de diez aniones, incluidos los oxihaluros, resueltos en menos de 12 minutos. Hay que destacar el aumento del tiempo de retención de los fluoruros, que permite distanciarlos del pico del sistema y separarlos de formiatos y acetatos.

Como la columna AS12A es totalmente compatible con los solventes utilizados en HPLC, pueden utilizarse disolventes orgánicos para la limpieza de la columna, permitiéndose así la cromatografía de matrices complejas.

Las principales aplicaciones de la cromatografía iónica con la columna AS12A son los análisis de: aguas naturales, aguas de bebidas desinfectadas, aguas residuales, aguas de centrales térmicas y nucleares, aniones en muestras básicas, aniones en alimentos y bebidas, aniones en lejías, extractos de suelos, polioles y polisulfonatos.

MÓDULO DE AUTONEUTRALIZACIÓN DE MUESTRAS DIONEX SP10

La firma Dionex Corporation, representada en España por Hucoa-Erlöss, ha puesto en el mercado el módulo de autoneutralización SP10, que permite hacer más fácil y sensible la determinación de bajas concentraciones de aniones en matrices alcalinas o cationes en matrices ácidas.

Este dispositivo aprovecha la tecnología de la supresión con autogeneración, que utiliza la electrólisis para generar hidrogeniones e hidroxiliones que neutralizan las matrices alcalinas o ácidas antes de su análisis, con lo que se mejora el límite de detección de 10 a 100 veces y en algunos casos se consigue la medida de especies químicas que antes no era posible determinar.

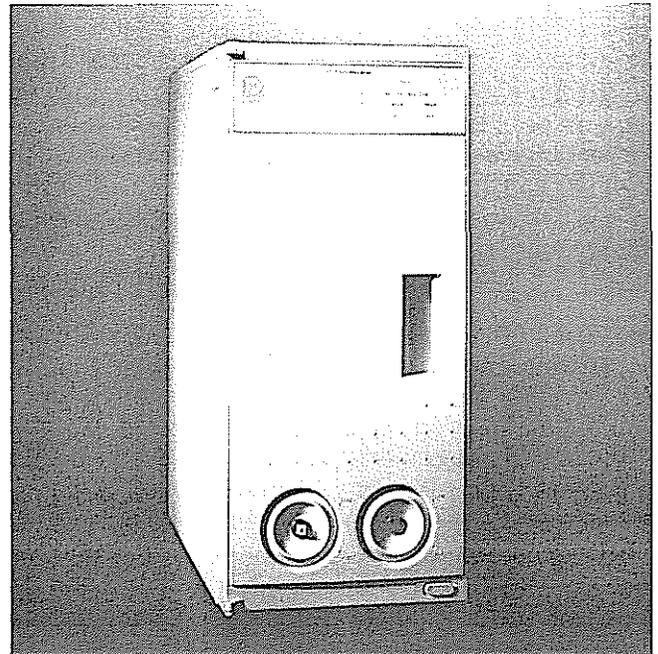
El módulo SP10 resulta totalmente compatible con todos los sistemas de cromatografía iónica (CI) existentes, así como con los de electroforesis capilar (EC) y de plasma inductivamente acoplado (ICP).

Entre las muchas aplicaciones de este equipo podemos señalar:

- Determinación de cloruros en presencia de aditivos amínicos utilizados en las centrales nucleares.
- Análisis de aniones en muestras de aire para el control medioambiental.
- Control de los aniones contaminantes del hidróxido potásico en la fabricación de baterías.

- Determinación de aniones en decapantes fotoresistentes en la industria de semiconductores.

- Análisis de aniones en álcalis y cationes en ácidos, en la preparación de reactivos de alta pureza.



El módulo SP10 monitoriza la neutralización de la muestra, indica la existencia de problemas en la conductividad, fugas, temperatura elevada o exceso de voltaje. Solamente debe introducirse el tiempo de neutralización, transcurrido este, automáticamente inyecta la muestra neutralizada en su sistema de separación.

Dionex está representada en España por Hucoa Erlöss, Paseo de la Castellana, 241, 28046 Madrid, teléfono 91/733 72 12.

Avda. Mare de Deu de Montserrat, 150-152.

08026 Barcelona. Tel. 93/456 27 00.

Avda. Héroes de Toledo, 5.

41006 Sevilla. Tel. 95/492 00 41.

Villa de Plencia, 30, bajo.

48930 Las Arenas (Vizcaya). Tel. 94/463 38 11.

BECKMAN
INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

NOVEDADES BECKMAN EN ELECTROFORESIS CAPILAR

Detector Diode Array Modular para P/ACE 5510

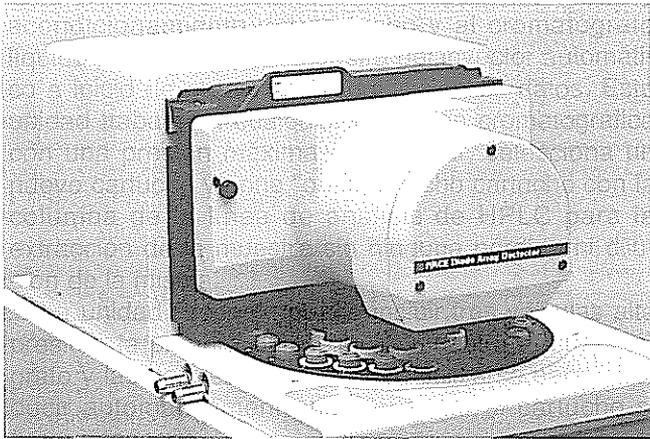
Beckman, líder mundial en Electroforesis Capilar (CE) anuncia la introducción de un nuevo Detector Modular Diode Array para su sistema de Electroforesis Capilar P/ACE 5510 que complementa su gama de detectores ya existentes: Ultravioleta Visible, LIF (Fluorescencia Inducida por Láser) y acoplamiento CE/MS.

Este nuevo detector de muy elevada sensibilidad (ruido inferior a 10⁻⁵ UA) ofrece una excepcional resolución espectral (1 nm/fotodiodo) en un amplio rango de longitudes de onda de 190 a 600 nm.

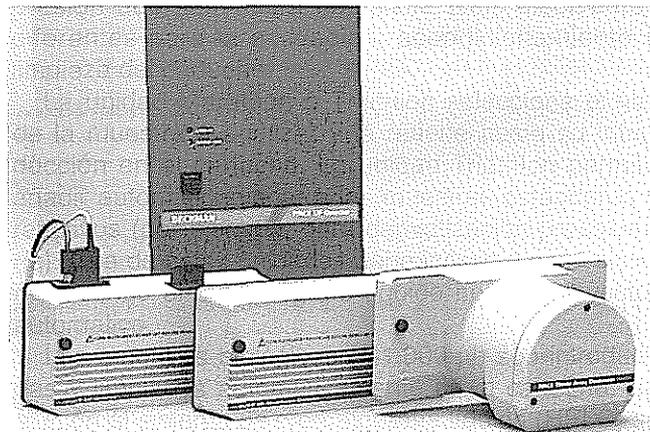
Incorpora un nuevo diseño óptico que incrementa y focaliza la luz generada por una nueva lámpara de Deuterio de alta energía, directamente sobre el capilar y recoge mediante fibra óptica la luz que atraviesa el capilar conduciéndola a la red holográfica de alta resolución que la dispersa a un conjunto de 512 fotodiodos

Esta extraordinaria óptica de nuevo diseño está complementada con las nuevas prestaciones del Software System Gold ofreciendo para Electroforesis Capilar: Pureza de pico en Tiempo Real, deconvolución de espectros QuickRes, mapas de Isoabsorbancias y Tridimensional Arrayview, Suitability test, comparación de espectros con librería, derivadas (hasta la quinta), etc.

Podemos decir que no existe una oferta actual en Electroforesis Capilar que iguale a la de Beckman que confirma su sólida posición de líder mundial en Electroforesis Capilar



P ACE 5510 CON DAD



Detectores modulares para P/ACE 5510.

Nuevos kits para Electroforesis Capilar de Beckman

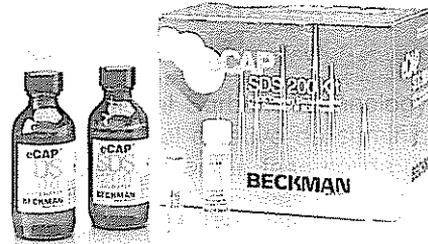
- **SDS Gel para P/ACE 5510**, la alternativa ideal a la electroforesis de proteínas en "Slab Gel" proporcionando mucho mayor rapidez y resolución que las técnicas tradicionales. A través del Software System Gold nos permite de forma rápida y automática el cálculo de pesos moleculares. Existen los tres rangos siguientes de pesos moleculares:

SDS GEL 200	MW	20.000 a 200.000
SDS GEL 60	MW	10.000 a 60.000
SDS GEL 20	MW	1.000 a 20.000

- **KIT e CAP ss DNA 100** para la separación de oligonucleótidos sintéticos de hasta 100 bases

- **KIT e CAP Gel ds DNA 1000** para la separación de fragmentos de DNA A amplificados por PCR y fragmentos de DNA obtenidos por enzimas de restricción de hasta 1 000 pares de bases.

Para cualquier información adicional contactar con:
Beckman Instruments España. S A

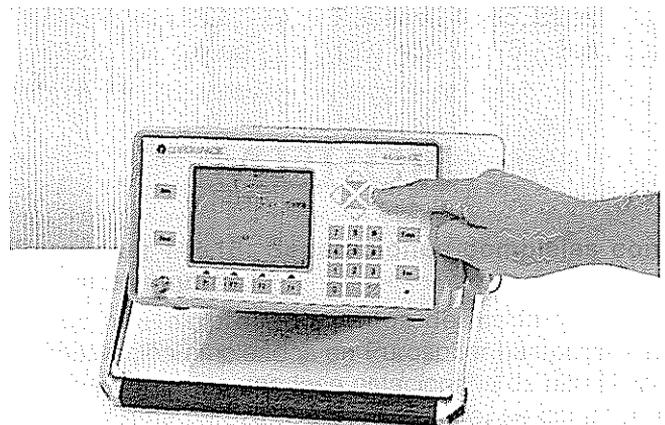


eCAP SDS 200 KIT.

Avda. del Llano Castellano, 15.
Tel. (91) 358 00 51. 28084 Madrid.
Virgen de la Estrella, 13
Tel. (954) 45 58 19. 41011 Sevilla.
Sabino de Arana, 46-48.
Tel. (93) 339 97 16. 08028 Barcelona.



El cromatógrafo para gases más rápido del mundo

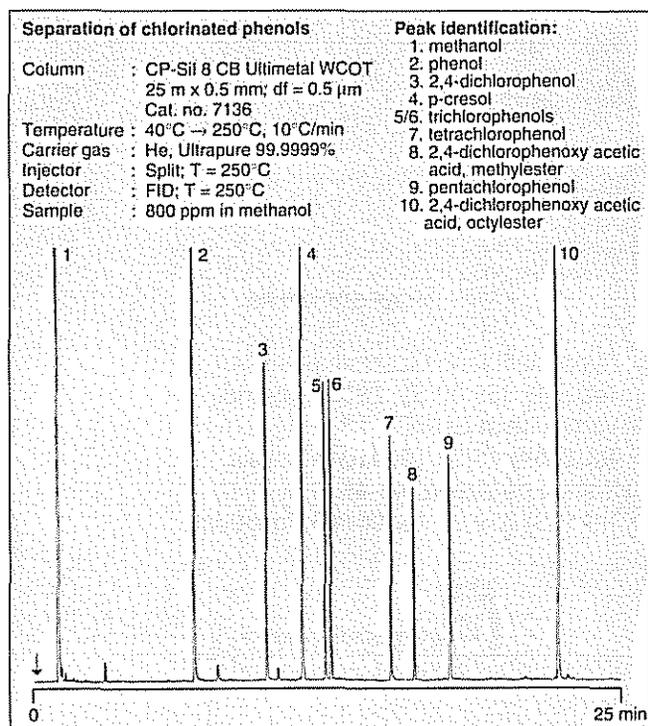


El cromatógrafo portátil de Chrompack Micro-GC realiza análisis de gases muy rápidos. Un análisis típico dura sólo 60 segundos, siendo preciso y reproducible

El Micro-GC es muy simple de operar y rápido de estabilizar, sólo tarda unos segundos, mientras que los cromatógrafos normales tardan horas. De esta manera se puede conseguir realizar más de 650 análisis diarios.

Nuevas columnas capilares irrompibles de alta calidad

Chrompack ha desarrollado las nuevas columnas capilares Ultimetall de alta capacidad especialmente para análisis on-line en combinación con una inyección automática de válvula. Debido a que la fase estacionaria está en forma de una película muy gruesa y unida covalentemente a la columna, de manera que permiten inyecciones de hasta 1.000 nanogramos de muestra.



Las columnas capilares Ultimetall son muy seguras ya que son irrompibles. Esto es por lo que las columnas Ultimetall son muy populares en las aplicaciones en planta, donde la seguridad y la robustez es lo más importante.

Las columnas Ultimetall se instalan fácilmente en cualquier cromatógrafo tanto de columnas capilares como empaquetadas. Debido a su gran flexibilidad las columnas Ultimetall se suministran en forma de espiral con un diámetro aproximado de 2,5 cm, sin que ello afecte a su funcionamiento.

Las columnas capilares Ultimetall cumplen la norma ISO 9002.

Análisis de gasolina según la norma ASTM D 5134-90

Chrompack introduce la nueva columna capilar CP-Sil PONA CB específicamente diseñada de acuerdo con la norma ASTM D 5134-90. Cumple las dimensiones especificadas en el método: 50 x 0,21 mm. Cada

columna CP-Sil PONA CB es comprobada individualmente para ver si cumple los requisitos especificados por la ASTM D 5134-90 y está garantizada para ese método en particular.

Debido a que la reproducibilidad de la columna es excelente, el cambio de columna es fácil y se reduce el tiempo de puesta a punto. También los tiempos de retención absolutos de la CP-Sil PONA CB son muy reproducibles debido al método especial de producción que se ha desarrollado para estas columnas. La fase estacionaria de la columna CP-Sil PONA CB está unida covalentemente y "cross linked", sin el uso de iniciadores peróxido. Esto significa que se pueden hacer inyecciones líquidas sin ningún deterioro para la columna, aunque existan condensaciones de solventes.

La columna CP-Sil PONA CB cumple la norma ISO 9002.

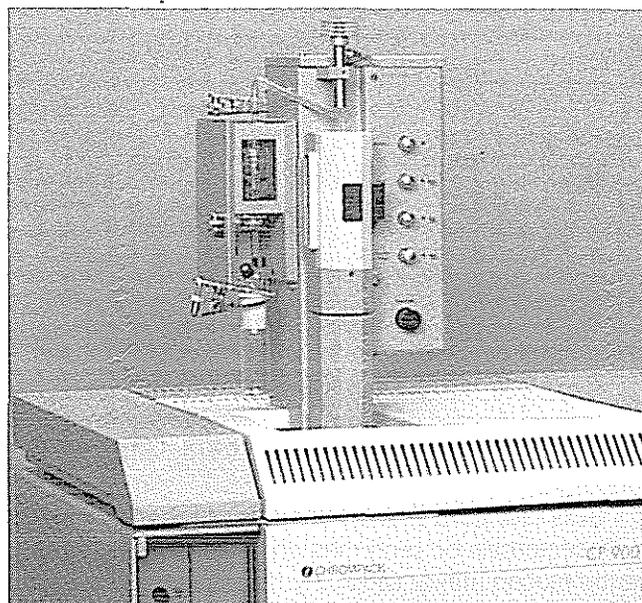
Nuevos filtros de purificación de gases para cromatografía

Los nuevos filtros Chrompack están diseñados para la purificación de gases en cromatografía. Aunque se usen gases ultra-puros, el uso de filtros es esencial ya que tanto el aire como la humedad pueden entrar en el sistema cuando se cambian las bombonas de gas.

Los filtros muestran distinto color según su grado de saturación. Cuando están saturados, los filtros pueden cambiarse en cuestión de segundos, sin herramientas, aun durante un análisis.

Inyector de espacio de cabeza Sistema de purga y trampa

El inyector PTI de Chrompack, está especialmente diseñado para realizar análisis de compuestos orgánicos volátiles y muy volátiles a nivel de trazas ppb y ppt.



El sistema está compuesto por el vaso de purga donde la muestra es purgada por un gas que hace que los compuestos volátiles se liberen. Acto seguido

estos compuestos volátiles son atrapados en una trampa de frío, enfriada con nitrógeno líquido. Precisamente el uso de nitrógeno líquido hace posible alcanzar temperaturas de hasta -180 °C, lo que permite atrapar cualquier compuesto por muy volátil que sea.

Una vez concentrados los compuestos volátiles en la trampa, esta es calentada rápidamente y todos los volátiles son inyectados al tiempo en la columna analítica del cromatógrafo de gases.

Para más información, dirigirse a Gomensoro, S.A., calle Aguacate, 15, 28044 Madrid. Teléfono 508 65 86 Fax: 508 65 11.



PC INTEGRATION PACK

Integración correcta sin introducción de parámetros desde dos sistemas cromatográficos independientes

Kontron Instruments ha lanzado al mercado un sistema de integración con dos bases de tiempo independientes. El PC Integration Pack incluye un convertidor analógico/digital autorango de alta resolución y doble canal que cubre todos los campos de aplicación, desde cromatografía líquida estándar hasta electroforesis capilar superrápida. La optimización dinámica de la frecuencia de muestreo garantiza la máxima exactitud en el almacenamiento de datos primarios. Sofisticados algoritmos permiten prescindir de la selección de parámetros para almacenamiento de datos, detección de picos e integración. El PC Integration Pack proporciona una perfecta integración sin selección de parámetros. Los resultados de cualquier integración interactiva pueden ser almacenados para cumplir con GLP. Un flexible generador de informes permite definir la información impresa, desde resultados cuantitativos a información cromatográfica específica. Es posible generar tablas de calibración por dilución de patrones o mediante series de patrones balanceados individualmente. Indicación inmediata de impurezas mediante relación de señales. Un programa de idoneidad del sistema (System Suitability Test) revalida los resultados de sus análisis según GLP y USP XXIII sin esfuerzo adicional.

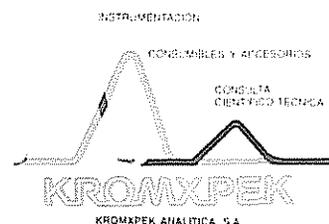
PC Integration Pack: La potencia de una estación de trabajo cromatográfico al precio de un integrador.

Para una información más detallada contacten con nuestras oficinas centrales en:

Kontron Instruments, S.A.

Salvatierra, 4 - Tel. 358 18 35 - 28034 Madrid.

Narcís Monturiol, 2, 2ª, 1ª - Tel. 473 74 44 - 08960 Sant Just Desvern (Barcelona).



a) MATERIAL CONSUMIBLE

Nos es grato comunicarles que ahora además de los patrones de referencia analíticos disponemos también de todo el nuevo rango de kits de patrones para análisis medioambientales siguiendo los requerimientos de certificación: EPA, A2LA, ISO 9001. Estos patrones ofrecen plenas garantías, ya que vienen acompañados de un certificado que prueba de que estos han sido analizados, se les ha asignado una fecha de caducidad y un grado de pureza. Algunos ejemplos son los kits de trihalometanos, PAH, fenoles, pesticidas, PCB, volátiles, etc.

ALLTECH

Nuevo medidor de flujo digital para cromatografía de gases

Este nuevo flujómetro controlado por microprocesador, ofrece medidas en tiempo real con una exactitud del +/- 2%. Permite trabajar con un rango de flujo entre 0-500 ml/min de distintos gases: aire, nitrógeno, helio, hidrógeno, argón/metano. Sin utilizar burbujas de jabón ni ningún otro tipo de líquido, este sistema utiliza un sensor de flujo másico de silicón que de forma rápida y directa mide el flujo de gas de manera totalmente distinta a los demás sistemas disponibles en el mercado.

Membranas de extracción en fase sólida

Les presentamos una nueva tecnología en extracción en fase sólida. Se trata de membranas de PTFE impregnadas de una capa fina de relleno de alta pureza distribuida de forma totalmente uniforme y permanentemente entrelazadas en la matriz de PTFE. Es esta uniformidad y estabilidad de la matriz la que aumenta la capacidad, la precisión y la que elimina las vías preferentes que se forman en las columnas o cartuchos convencionales de extracción.

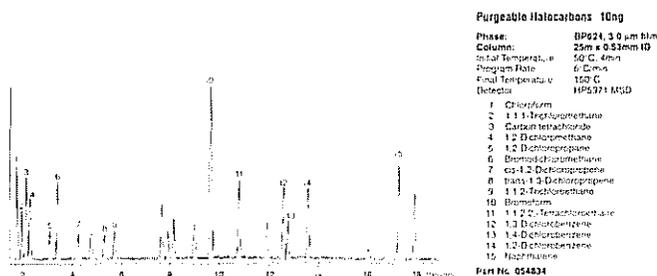
Disponemos de 3 tipos de membranas para el "clean-up" de la muestra previo al análisis mediante cromatografía iónica y electroforesis capilar. Consútenos.

S.G.E.

Columna capilar BP624

De nuestra representada SGE les presentamos la nueva columna capilar BP624 pensada para el análisis de compuestos volátiles listados en los métodos EPA 502.2, 524.2 y 624. La selectividad de esta fase ha

sido optimizada para trabajar según estos métodos y permite tiempos de análisis más cortos que otras columnas. Estas capilares se fabrican en distintos diámetros internos: 0.53, 0.32, 0.22 mm y son chequeadas de forma individual para asegurar al cliente su eficacia, selectividad y reproducibilidad en análisis de contaminantes volátiles.



Tubo capilar desactivado

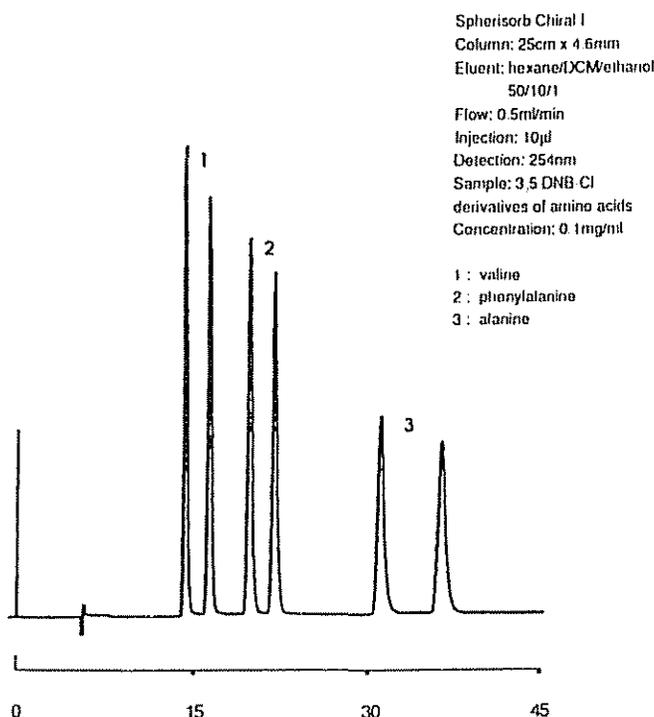
Ofrecemos una nueva gama de tubo capilar de sílice fundida desactivado en varias longitudes, diámetros internos y con 3 posibles tipos de tratamiento de desactivación de su superficie: metil, fenilmetil y carbowax.

Este tubo capilar vacío es muy útil para distintas aplicaciones entre las que destacan las precolumnas para la protección de las columnas analíticas, las líneas de transferencia para la unión por ejemplo de columnas capilares al espectrómetro de masas, para la división del flujo de columna a distintos detectores, etc. y los tramos de retención para evitar que compuestos no-volátiles reactivos puedan entrar en su columna analítica y contaminarla, etc.

PHASE SEPARATIONS

Nuevas columnas quirales a precios asequibles

Analytical scale separation of 3,5 DNB derivatives of amino acid methyl esters

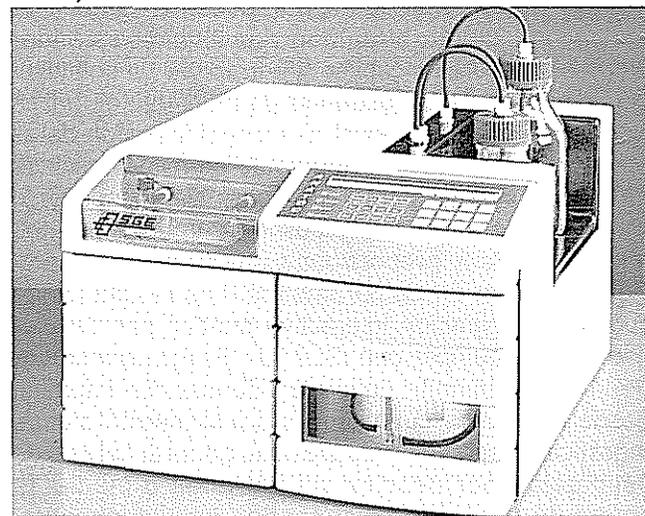


De nuestra representada Phase Sep, fabricante de la partícula esférica Spherisorb, les ofrecemos dos tipos de columna quirales a precios totalmente asequibles. La columna Chiral I con una fase de fenilmetilurea y que puede utilizarse con una amplia gama de disolventes incluyendo el agua y las Chiral II como complemento a las primeras ya que su fase de naftilurea es más adecuada para utilizar disolventes no polares.

B) INSTRUMENTACIÓN

Antoc

Nuevo sistema para la determinación de carbono orgánico total en agua. Los principios de su funcionamiento son la oxidación fotocatalítica que descompone los compuestos orgánicos en medio acuoso para dar dióxido de carbono, agua y la base, ácido o sal de cualquier otro elemento orgánicamente enlazado. Este dióxido de carbono resultante se determina de forma muy precisa mediante una medida de conductividad. La oxidación se realiza mediante la iluminación a temperatura ambiente con luz U.V. a 300-400 nm en presencia de un catalizador que es una suspensión en agua de dióxido de titanio. Se trata de un equipo económico y fiable que no requiere del uso de luz UV a longitudes de onda perjudiciales para el usuario ni la utilización de sustancias peligrosas (como puede ser el peroxidisulfato utilizado por otros sistemas), siendo además un sistema de muy fácil manejo.



Nuevo reciclador de disolventes para HPLC

Este nuevo modelo incorpora control mediante microprocesador y la capacidad de almacenar hasta 10 métodos, además de suponer un ahorro de aproximadamente un 75% del consumo de su fase móvil y ayudar a la conservación de nuestro medio ambiente.

Este tipo de sistema es compatible con cualquier HPLC isocrático. Solicítenos el boletín específico.

Consúltenos su problema, tenemos la solución.

Kromxpek Analítica, S.A.

Apdo. 282, Ctra. Cerdanyola, 65-67.

08190 Sant Cugat del Vallés (Barcelona).

Tel. (93) 589 15 55. Fax (93) 675 05 16.

MICROBEAM, S.A.

SISTEMA DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS "ON-LINE" PARA HPLC

Este sistema (Prospekt, Spark Holland) utiliza la técnica de extracción en fase sólida (SPE) a alta presión para limpiar y preconcentrar "on-line" automáticamente cada una de las muestras antes de su inyección en el cromatógrafo líquido (HPLC) mientras se está analizando la muestra anterior.

El sistema Prospekt puede estar formado por una, dos o tres unidades funcionales dependiendo de la aplicación y del cromatógrafo líquido utilizado.

La unidad Prospekt almacena hasta 120 cartuchos SPE de 10x2 ó 10x3 mm con 20 ó 45 mgrs de fase sólida de una gran variedad de rellenos cromatográficos (Analytichem, Baker, IST, etc.), de las órdenes de control oportunas a la bomba para la activación y acondicionamiento del cartucho y al cromatógrafo líquido para la toma de muestra del inyector automático e inicio de gradiente y adquisición de datos. Esta unidad trabaja en cualquier condición cromatográfica con una presión máxima de 300 bar, selecciona un nuevo cartucho y pone "on-line" dicho cartucho con la columna de la línea de análisis de HPLC para la extracción de la muestra sin ninguna pérdida ni dilución de la misma.

La unidad Prospekt puede incluir tres válvulas alta presión, la primera para eluir la muestra al cromatógrafo y las dos restantes pueden utilizarse para introducir automáticamente helio y secar el cartucho si fuera necesario.

La unidad SDU es una bomba programable de alta presión que suministra hasta dieciséis disolventes diferentes para la activación, acondicionamiento y limpieza del cartucho.

La unidad Marathon o Triathlon selecciona el vial de la muestra a analizar y la retiene hasta su introducción en el cartucho. La unidad Triathlon permite añadir automáticamente a las muestras estándares y reactivos (por ejemplo, para derivatización precolumna). Una de estas unidades debe incluirse en el sistema cuando el cromatógrafo líquido no tiene inyector automático.

Las muestras biológicas (1-1.000 µl) son introducidas y limpiadas automáticamente en el cartucho. Su elución al sistema de cromatografía líquida (HPLC) se realiza también de forma automática pudiéndose controlar el tiempo que el cartucho permanece en línea con dicho sistema de HPLC.

Las muestras acuosas para análisis medioambiental pueden introducirse a través del inyector automático (hasta 1.000 µl) o bien a través de la unidad de bombeo SDU para volúmenes superiores a 1,0 ml. En algunas aplicaciones se requiere volúmenes de 100 ml de muestra para alcanzar los límites de detección que exigen las normativas. En estos casos, el cartucho también realiza las funciones de preconcentración.

Este sistema Prospekt se está utilizando en los programas de medio ambiente "Rhine Basin" y "Samos" de la Unión Europea.

Mediante la adición de un colector automático de fracciones se puede utilizar para la preparación de muestras en otras técnicas analíticas (cromatografía de gases, espectrometría de masas...).

En la actualidad hay publicadas diecisiete aplicaciones biológicas y nueve medioambientales. Spark Holland dispone de un laboratorio especializado en el desarrollo de nuevas metodías.

Si desea más información, por favor, indíquenos las aplicaciones de su interés.

COLUMNAS PARA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA ("SPE") IST

International Sorbent Technology (IST) fue creada en 1992 con el objetivo de suministrar los productos para la extracción en fase sólida ("SPE") de la mejor calidad y especificaciones del mercado.

La fabricación de cada producto está sometida a rigurosos controles de monitorización y control con la tecnología más avanzada: selectividad, pureza y distribución del tamaño de partículas del sorbente, test de reproducibilidad del caudal, test de pureza de la columna y filtros.

Además, cada lote de producción incluye un detallado certificado de calidad. Este informe describe algunos de los tests de control de calidad más importantes y los resultados obtenidos.

Otro punto importante en el proceso de fabricación es el uso de sistemas químicos y disolventes que serán aceptados a partir del año 2000. Así, por ejemplo, en el proceso de recubrimiento de la sílica no se emplean disolventes clorados.

ITS dispone de una gran variedad de sorbentes (por ejemplo, hay tres variedades de sorbentes C18: monofuncional, trifuncional y "end-capped") ampliamente documentados en el catálogo general.

Microbeam, S.A. - calle Trobador, 43-45, bajos.

08026 Barcelona - Tel. (93) 450 08 75 - Fax (93) 436 75 42.

MERCK

Purospher RP-18: Separaciones complejas con eluyentes neutros

Los nuevos procedimientos de modificación y desactivación empleados en Purospher han permitido la consecución de una fase estacionaria de alta eficacia y máxima pureza. De esta manera, se consiguen interacciones reproducibles entre el sorbente y la muestra. Purospher permite la cromatografía de mezclas de compuestos básicos muy problemáticos, utilizando eluyentes neutros, resultando de ello un ahorro en tiempo y reactivos al simplificar las etapas de desarrollo de métodos.

Chromatographic Conditions:

Column: LiChroCART® 125-4 Purospher® RP-18

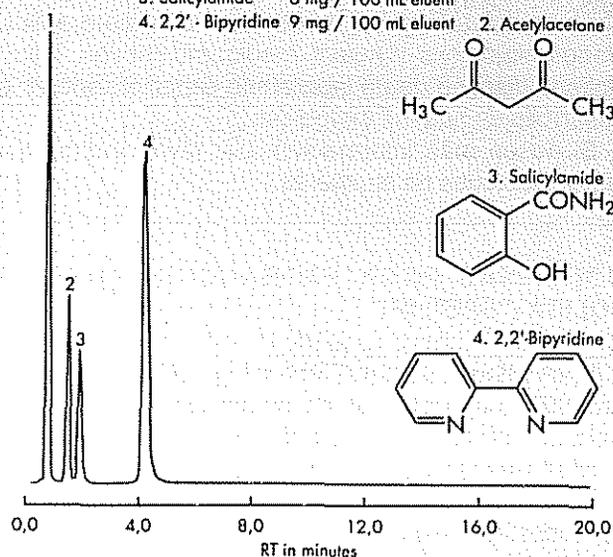
Mobile Phase: Acetonitrile / Water 30:70 (v/v)

Flow: 1,0 mL / min

Detection: 254 nm

Injection Volume: 10 µl

Sample:
1. Uracil 1 mg / 100 mL eluent
2. Acetylacetone 5 µl / 100 mL eluent
3. Salicylamide 6 mg / 100 mL eluent
4. 2,2'-Bipyridine 9 mg / 100 mL eluent



Separación de compuestos formadores de complejos. La 2,2' Bipyridina es un indicador muy sensible de la presencia de impurezas en la sílice.

Chromatographic Conditions:

Column: LiChroCART® 125-4 Purospher® RP-18

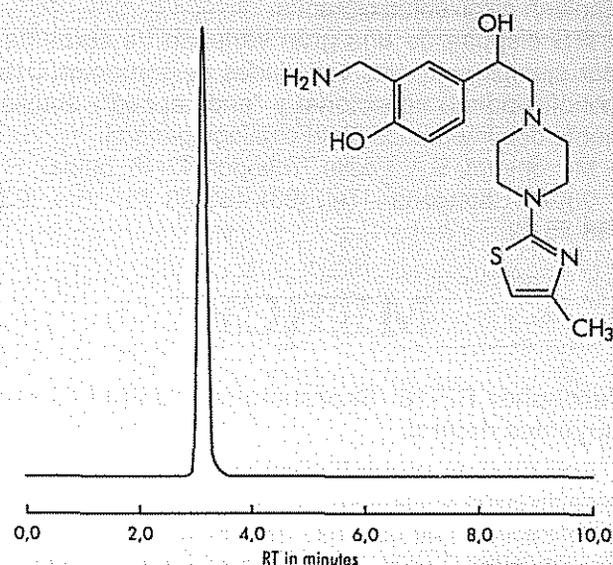
Mobile Phase: Acetonitrile / Water 30:70 (v/v)

Flow: 1,0 mL / min

Detection: 220 nm

Injection Volume: 10 µl

Sample: EMD 39 408 2 mg / 5 mL eluent



Cromatografía de una molécula con estructura compleja. Presenta todas las funcionalidades que son causa de problemas en HPLC. En ambos casos los picos son simétricos y la fase móvil empleada es neutra y no contiene aditivos.

ChiraSep DNBPG: Separaciones enantioselectivas de gran eficacia

En la fabricación de drogas quirales, pesticidas o compuestos aromatizantes, el análisis de la pureza óptica es de gran importancia, dado que su actividad está relacionada con su capacidad de absorción en el organismo.

ChiraSep es una nueva fase estacionaria tipo Pirkle, basada en un silica gel amino con el selector quiral R-(-)-N-(3,5-dinitrobenzoilfenil)glicina) enlazado covalentemente.

Separation of 2,2-Dihydroxy-1,1-binaphthol

Column: LiChroCART® 250-4 ChiraSep® DNBPG

Mobile phase: n-Hexane / 2-propanol 90/10 (v/v)

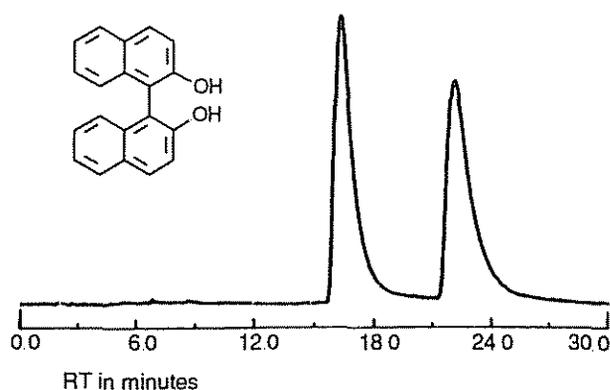
Flow rate: 1.0 ml/min

Sample: 2,2-Dihydroxy-1,1-binaphthol (0.5mg/ml)

Injection: 10µl

Detection: UV 254 nm

Temperature: 24°C



El grupo π -aceptor DNBPG permite la separación de compuestos orgánicos racémicos que presenten grupos π -dadores. Eluyentes para HPLC en fase normal con un modificador orgánico han sido utilizadas con éxito en la separación de enantiómeros.

LiChrosper PAH: Análisis de trazas de hidrocarburos paliaromáticos

La detección de PAHs por HPLC en el rango de las ppb es posible mediante la combinación de la preparación de muestra por SPE con LiChrolut, el uso del fluorímetro programable Meck F-1080 y del cartucho LiChrosper PAH.

La columna satisface los requisitos de los procedimientos EPA 610 y DIN 38407 (8), permitiendo la separación de 16 PAHs, siendo posible la detección simultánea de benzo(e)pireno y perileno utilizando régimen de elución por gradiente y/o isocrático.

Programa educativo para la introducción y reciclaje en HPLC

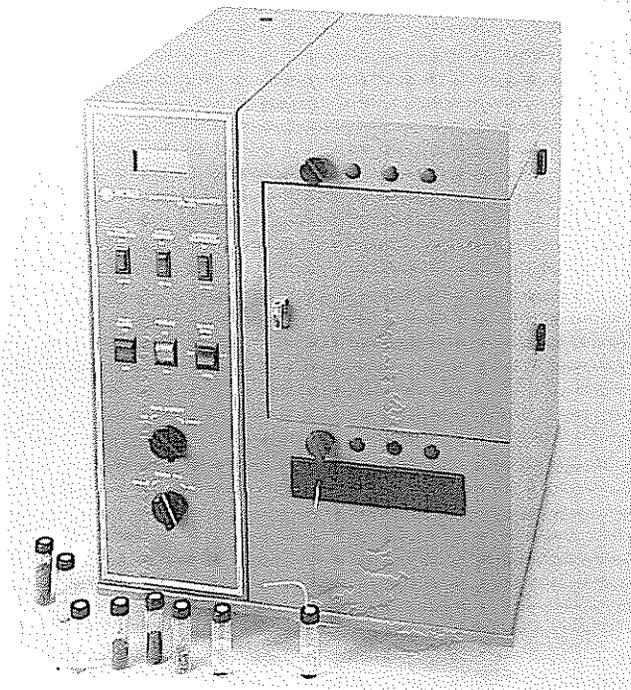
El HPLC Training desarrollado por Merck, permite la introducción interactiva a la HPLC mediante un sis-

tema basado en un ordenador personal. El sistema permite definir el nivel de complejidad deseado, y combina imágenes animadas con textos de apoyo. El programa contiene capítulos de introducción a la cromatografía, teoría y conceptos básicos, columnas, fases móviles, instrumentación, preparación de muestra, HPLC preparativa, ejemplos de práctica y un apartado para la generación manual de cromatogramas con cálculo automático de la resolución y la selectividad. Para una mayor información sobre los productos anteriormente citados, nos encontramos a su disposición en la Div Reactivos (093) 570 57 50, ext 409.

TEKNOKROMICA®

EXTRACTOR DE FLUIDOS SUPERCRÍTICO

La mayoría de las muestras que deben ser analizadas por GC o HPLC requieren en mayor o menor medida de un paso previo de extracción y/o concentración antes de su análisis. Las técnicas de extracción convencionales son en general muy laboriosas y consumen una gran cantidad de disolventes, en muchos casos tóxicos o peligrosos. Además estas técnicas de extracción son poco selectivas y conllevan un elevado grado de imprecisión en la cuantificación.



La técnica de Extracción de Fluidos Supercríticos se ha consolidado como la más rápida, limpia y económica, gracias a las especiales características del líquido extractor, CO₂ en estado supercrítico.

Entre sus ventajas destacan:

- Reduce enormemente el tiempo de extracción en comparación con los sistemas tradicionales.
- Elevadas recuperaciones.
- Extracciones más económicas y seguras, ya que requiere únicamente CO₂ y pequeñas cantidades de disolventes orgánicos.

- Posibilidad de extracciones selectivas mediante el control de la fuerza del disolvente a través de la modificación de la presión/densidad del mismo.

La extracción de fluidos supercríticos es ideal para la extracción de analitos en muestras difíciles:

- Muestras altamente viscosas y de pobre solubilidad
- Plásticos y otros polímeros
- Polvos insolubles.
- Líquidos (previamente mezclados con algún soporte inerte como la tierra de diatomeas).

Con el nuevo extractor de fluidos supercríticos SFE-400, Supelco pone a su disposición el sistema más avanzado y económico para la extracción de sus muestras más difíciles

El SFE-400 está basado en el nuevo concepto de bomba térmica (patentado), el cual, al contrario de los sistemas convencionales de bombas de pistón o jeringa, no contiene partes móviles ni juntas poliméricas, responsable de la mayoría de los problemas de mantenimiento.

- Precio muy competitivo (aproximadamente la mitad de otros equipos comerciales).
- Mínimo mantenimiento.
- Simplicidad de manejo.
- Permite extraer hasta cuatro muestras simultáneamente.
- Posibilidad de extracción estática o dinámica.
- Compatible con todos los modificadores orgánicos más usuales.

Supelco pone también a su disposición una amplia bibliografía de aplicaciones de esta técnica.

Para más información diríjense a:

Sant Cugat del Vallés: (93) 674 88 00.

Madrid: (91) 350 19 82.

Sevilla: (95) 461 01 92.

Vizcaya: (94) 467 35 45.

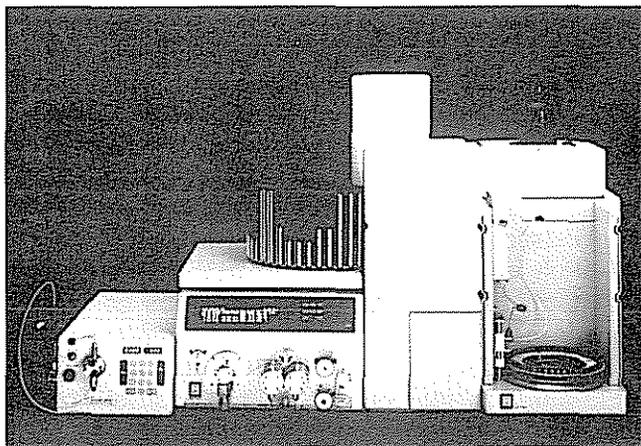
Valencia: (96) 362 08 07.

varian®

NUEVO SISTEMA SFE VARIAN

Varian ha ampliado su gama de instrumentación en cromatografía presentando la extracción mediante fluidos supercríticos SFE como nuevo sistema de preparación de muestras tanto para GC como para GC/MS.

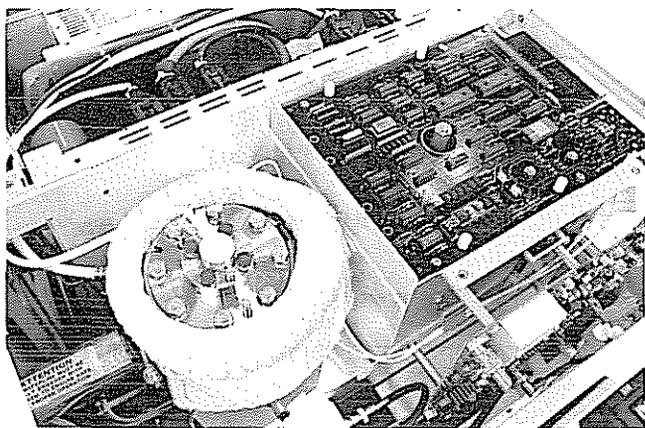
La extracción de fluidos supercríticos SFE es una técnica de preparación de muestras que emplea dióxido de carbono en estado de fluido supercrítico para extraer compuestos de una determinada matriz. Esta técnica es especialmente útil para análisis de muestras medioambientales o de productos alimenticios, en las cuales los compuestos deben separarse de matrices complejas como tierra y polvo. La SFE elimina el riesgo derivado de la utilización de disolventes y es más rápida y reproducible que las extracciones Soxhlet tradicionales.



El modelo Varian *PrepMaster* es un sistema SFE Manual, con una magnífica relación prestaciones/pre-cio. El modelo Varian *AutoPrep 44* es el más avanzado sistema SFE y permite realizar la extracción automatizada de hasta 44 muestras de forma desatendida. La bomba modificadora y el módulo de recuperación *AccuTrap*, que incorpora la trampa de fase sólida, así como el restrictor variable automático *VariFlow*, son los accesorios principales que pueden incorporarse a ambos modelos.

VARIAN PRESENTA LA OPCIÓN MS/MS SATURN 4D

Varian ha presentado recientemente la opción MS/MS Saturn 4D, para su sistema GC/MS de sobremesa, que se convierte ahora en el máximo exponente de prestaciones y sensibilidad.



La nueva opción GC/MS/MS Saturn 4D proporciona una excelente sensibilidad y especificidad para aquellos análisis de compuestos en matrices complejas, tales como pesticidas en alimentos y metabolitos de drogas en fluidos biológicos. La opción Saturn 4D permite incrementar la capacidad de identificación a través de la verificación de determinados fragmentos del cromatograma, lo que le hace indispensable para el estudio de productos naturales.

La opción MS/MS Saturn 4D es una avanzada técnica analítica que Varian hace posible al incorporar la tecnología "Wave-Board" al sistema GC/MS Varian

Saturn. Esta tecnología permite desarrollar MS/MS en una sola cámara de la trampa de iones ("ion trap"), donde los iones pueden ser manipulados en la cuarta dimensión, el tiempo, además de en el espacio. Este sistema es mucho más eficaz y sencillo que los sistemas cuadrupolo de transmisión en tándem, que emplean varias cámaras.

El empleo de la tecnología "Wave-Board" en los sistemas Varian GC/MS hará posible la incorporación al sistema de futuras mejoras en prestaciones analíticas, de forma sencilla y rentable, ya que los nuevos avances serán fruto del desarrollo del software, no de la incorporación de nuevo hardware.

Para más información, por favor diríjense a:
Varian Ibérica, S.L.

Avda. Pedro Díez, 25. 28019 Madrid.

Tel. (91) 472 76 12. Fax (91) 472 50 01.

Caspe, 118. 08013 Barcelona.

Tel. (93) 265 70 02. Fax (91) 265 85 62.

Polígono Industrial P.I.S.A. Edif. Trisoft.

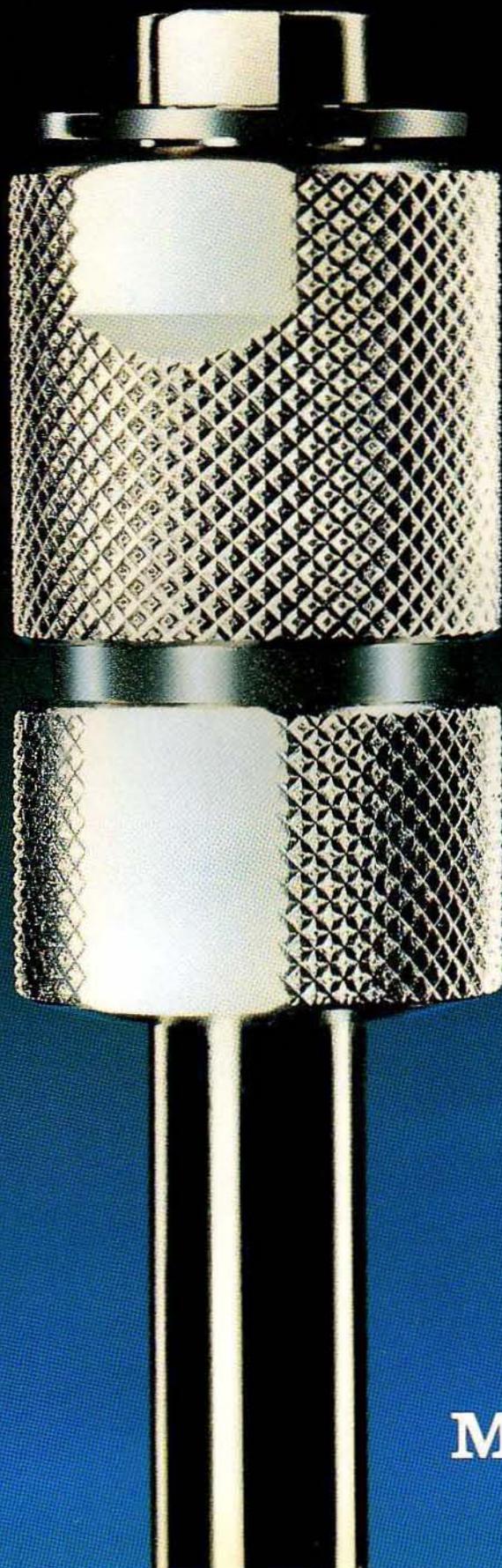
Parcela 6. 41927 Mairena (Sevilla).

Tel. (95) 418 39 80. Fax (95) 418 41 42.

* * *

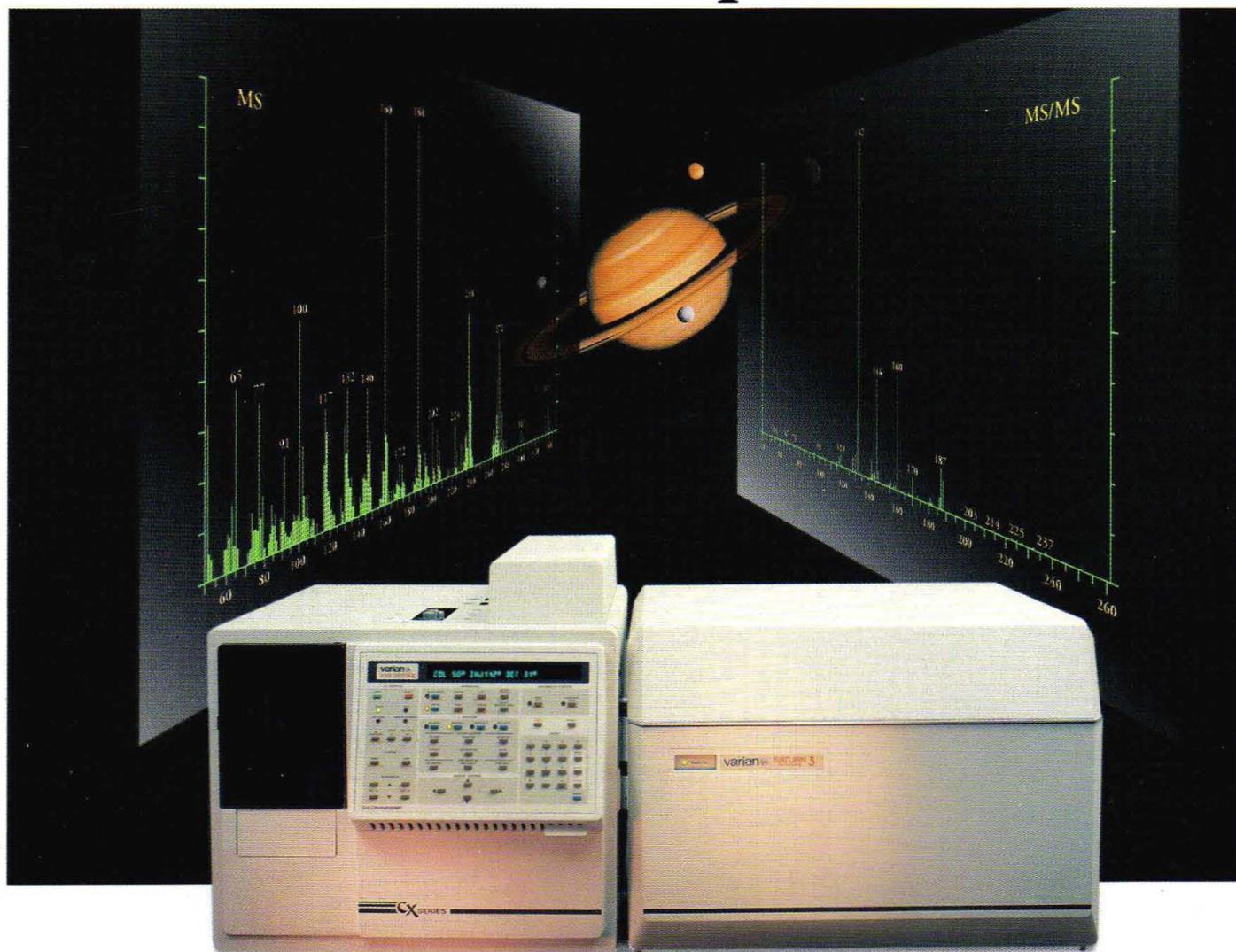
Sistema de cartuchos manu-CART®

Su elección en HPLC



MERCK

Por fin... Un GC/MS de alta sensibilidad con opción MS/MS.



Antes de adquirir un nuevo GC/MS, conozca la nueva tecnología "Wave-Board" del Saturn GC/MS de Varian, capaz de trabajar en EI/CI simultáneamente, y que ahora ofrece la revolucionaria opción MS/MS 4D.

Este nuevo sistema permite obtener la sensibilidad y selectividad que su laboratorio necesita para las aplicaciones más complejas.

Para más información, no dude en llamarnos.

- EI/CI simultáneamente
- Opción MS/MS 4D
- Facilidad de operación
- Alta sensibilidad
- Avanzada tecnología
- Próximos desarrollos "Wave-Board"



Varian Ibérica S.L.
Avda. Pedro Díez, 25
28019 Madrid
Tel: 472 76 12
Fax: 472 50 01

c/Caspe, 118
08013 Barcelona
Tel: 265 70 02
Fax: 265 85 62

Pol. PISA, Exposición, 6
41927 Mairena del Aljarafe
Sevilla
Tel: 418 39 00
Fax: 418 41 42