


**C**romatografía y

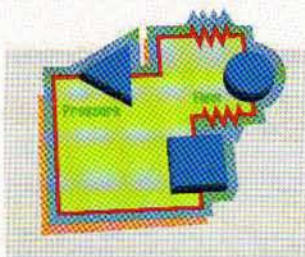
**T**écnicas

**A** fines

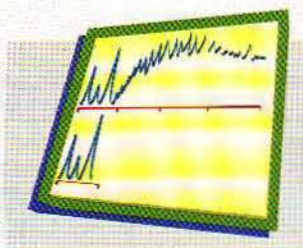


Boletín del Grupo de Cromatografía  
y Técnicas Afines de la Real Sociedad  
Española de Química

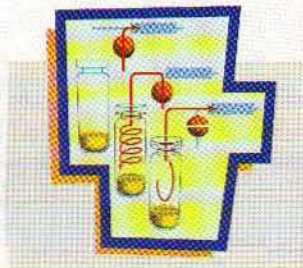
Volumen 16. Núm. 1 (1995)



1 Ausencia de mandos en la programación neumática, mediante PPC™.



2 Rapidez analítica y larga vida cromatográfica, mediante el PreVent™.



3 Espacio de Cabeza, con presurización equilibrada.



4 Configuraciones específicas, para sus aplicaciones concretas.



5 10 veces más sensibilidad, con inyección de grandes volúmenes de muestra.



6 Rapidísimo vacío en GC/MS.



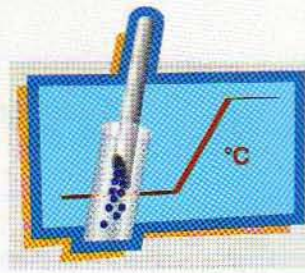
7 Máxima fiabilidad, con el automuestreador incorporado.



8 Tratamiento de datos sin parangón, vía Turbochrom™.



9 Inigualable Desorción Térmica.



10 Inyector capilar universal, con temperatura programada.

# 10 razones para que su nuevo GC sea el AutoSystem XL

## Razón 2: Rapidez analítica y larga vida cromatográfica.

El AutoSystem XL™, con el exclusivo PreVent, aumentará su rendimiento más de 10 veces.

El PreVent impide la entrada en la columna de las sustancias de alto punto de ebullición, simplificando el tratamiento de la muestra y alargando la vida cromatográfica de la columna y detector.



## Perkin Elmer le facilitará todos los detalles.

Para obtener más información de todas estas razones, para que su nuevo cromatógrafo sea el AutoSystem XL.

Contacte con Perkin Elmer:

Tel. 91 803 42 10.



**Nuevo AutoSystem XL  
Cromatógrafo de Gases**

**PERKIN ELMER**

The Perkin-Elmer Corporation, 761 Main Avenue, Norwalk, CT 06850-0102, USA  
Perkin-Elmer Ltd., Post Office Lane, Beaconsfield, Bucks HP8 1QA, UK; Boonstroom Perkin-Elmer GmbH, Postfach 10 17 61, D-68647 Ueberlingen, Germany  
AutoSystem XL, PPC, PreVent and Turbochrom are trademarks of The Perkin-Elmer Corporation.  
All analytical instruments and systems manufactured by Perkin Elmer are developed and produced under the quality requirements of ISO 9001.

## CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, julio de 1995. Vol 16, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

### ÍNDICE

2 EDITORIAL

3 Determinación de compuestos volátiles mediante técnicas de espacio de cabeza, *por E. Valero.*

#### INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

10 Reseña de libros.

11 Artículos de interés

#### NOTICIAS DEL GCTA

12 La reunión científica de 1995.

12 Junta General.

12 Próxima reunión.

12 Nuevos socios.

#### INFORMACIONES

14 Calendario de actividades.

15 Cursos.

#### DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

20 Sistema GC/MS/MS de sobremesa: revolucionario desarrollo de la tecnología de trampa de iones, *por M.A. Pérez.*

25 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. 355.

Comité Editorial: – J. Sanz, M.J. González, M.D. Cabezudo, 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

Del 3 al 6 de abril de este año se celebró en el Centro de Convenciones del Parque Ferial de Madrid la XIV Reunión Anual del GCTA. Dicho evento tuvo lugar en el marco de las VII Jornadas de Análisis Instrumental (JAI) en **Expoanalítica**. La diferencia este año es que las JAI que como es sabido se celebran cada tres años conjuntamente con **Expoquimia** se organizaron dentro del primer certamen de **Expoanalítica**. Como en todas nuestras reuniones anuales, el comité científico-organizador, integrado mayoritariamente por los miembros de la junta directiva del GCTA, procuró ofrecer un programa científico atrayente, convenientemente complementado por la participación de las casas comerciales en una exposición de material e instrumentación amplia y actual en los productos ofertados. El programa científico se modeló a imagen y semejanza del de las reuniones que se celebran cada tres años en el marco multidisciplinar, ya consolidado, de la **Expoquimia**. Así, las comunicaciones científicas de los diversos grupos y sociedades participantes, como el de química analítica, espectroscopia, etc., se fusionaron en un programa integrado en el que se intentaba plasmar la diversidad de intereses y disciplinas en el campo de la química analítica. El certamen resultó sin duda un éxito en cuanto a asistencia y programación y en este sentido hay que felicitar a don J.M. Otero, director de **Expoquimia**, por su visión

y acierto en saber exportar el éxito de **Expoquimia** más allá de su sede habitual.

Sin embargo, la propuesta alternancia de las JAI entre **Expoquimia** y **Expoanalítica** cada año y medio nos puede llegar a plantear como grupo independiente problemas logísticos de cierta seriedad y sobre ello deberemos reflexionar. Primero, si bien es evidente que sobre el papel el concentrar esfuerzos puede ser ventajoso, no es menos cierto que las actividades del GCTA como tal quedan bastante diluidas en este tipo de certámenes. Segundo, la propuesta cadencia de estas reuniones dificulta seriamente la programación de nuestras reuniones anuales así como la participación de las firmas comerciales en las mismas.

El reto estriba pues en encontrar la fórmula que mejor pueda acomodar los intereses de todos y en ello la junta directiva no regateará esfuerzos. En cualquier caso, la celebración de la XXV Reunión Anual del GCTA el próximo año durante las JAI en **Expoquimia'96** debe revestir la importancia que tantos años de fructífera historia se merecen y espero que ello será comprendido y potenciado por los demás grupos y sociedades participantes.

*Emilio Gelpi*  
*Presidente*

# Determinación de compuestos volátiles mediante técnicas de espacio de cabeza

E. Valero

Instituto de Química Orgánica General (C.S.I.C.), Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid

## INTRODUCCIÓN

La determinación de compuestos volátiles en muestras complejas constituye un importante problema analítico en un amplio rango de aplicaciones tales como alimentación, medioambientales, polímeros, médicas, forenses, etc., etc.

La cromatografía de gases es la técnica ideal para el análisis tanto cualitativo como cuantitativo de una mezcla compleja de volátiles. Sin embargo presenta diversos problemas, siendo los fundamentales:

– Es necesario aislar estos componentes volátiles de la matriz o producto a analizar.

– Ya que la concentración de estos componentes está, comúnmente, en el rango de trazas se requieren grandes cantidades de producto para obtener la adecuada cantidad para analizar por GC y GC-MS

Para solucionar o minimizar estos problemas, se necesitan realizar unos procesos previos al análisis cromatográfico en sí, en los que se consiga el aislamiento y la concentración de los compuestos de interés de la matriz original.

Una de las técnicas más utilizadas para el aislamiento y la preconcentración de la muestra ha sido la extracción con disolvente<sup>1</sup>, aunque presenta algunos inconvenientes como son el enmascaramiento de los compuestos de alta volatilidad por el pico del disolvente<sup>2,3</sup>, las bajas recuperaciones y la contaminación de la muestra a analizar.

Debido a estas limitaciones se han desarrollado otras técnicas. Entre las técnicas más apropiadas para este tipo de análisis, están las denominadas espacio de cabeza. Es una traducción literal del inglés "headspace", que se aplica al volumen libre que existe por encima de la muestra en cualquier recipiente parcialmente lleno, en el cual se encuentran parte de los compuestos volátiles de la misma. Algunas revisiones muy detalladas acerca de estas técnicas han sido desarrolladas por Drozd<sup>4</sup>, Grob<sup>5</sup> y Werkoff<sup>6</sup>

Básicamente consisten en la preconcentración, para posterior análisis y determinación, de la fase vapor que se desprende de la matriz sólida o líquida. Se dividen en dos grandes grupos:

1) **Espacio de cabeza estático o de equilibrio:** Los volátiles se extraen de un sistema cerrado, en el cual se ha establecido el equilibrio termodinámico. (Fig. 1).

## Toma de muestra

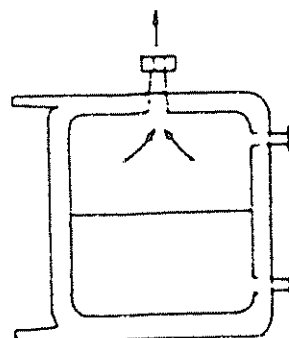


Fig. 1: Esquema del dispositivo utilizado en el espacio de cabeza estático.

2) **Espacio de cabeza dinámico<sup>7,8</sup>:** Los compuestos volátiles se extraen mediante un flujo de gas inerte, ya sea por barrido superficial "Sweeping", (Fig. 2a), o a través de la muestra "Purging", (Fig. 2b).

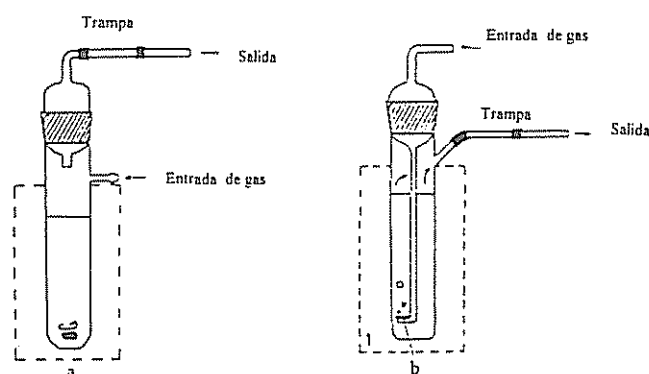


Fig. 2: Esquema del dispositivo utilizado en el espacio de cabeza dinámico: a) barrido superficial, y b) arrastre a través de las muestras.

## ESPACIO DE CABEZA ESTÁTICO

La muestra se coloca en un recipiente<sup>17</sup> cerrado y termostatizado. Los compuestos volátiles, atraviesan la muestra llegando al espacio de cabeza. Cuando la velocidad con que los compuestos dejan la muestra es igual a la velocidad con la que vuelven a ella, el sistema se encuentra en equilibrio.

La concentración de volátiles presentes en el espacio de cabeza, será directamente proporcional a la temperatura del recipiente, a la concentración en la muestra y a la presión parcial de cada componente<sup>9,10</sup>.

Las concentraciones en la fase de gas (Cv) y en la fase de muestra (Cs), vienen determinadas por el coeficiente de distribución K, según<sup>11</sup>:

$$K = \frac{C_s}{C_v}$$

El valor de K depende del componente a considerar y de la matriz de la muestra, así como de la temperatura.

Los recipientes, donde se depositan las muestras a analizar, han de estar herméticamente cerrados. Se utilizan a veces, bolsas de nylon, con capacidad aproximada de 1-2 litros de aire. En éstas, se recogen las muestras y se analizan los compuestos volátiles directamente en ellas. Son frecuentes en los análisis de plantas o en los analitos científico-forenses.

La inyección en el cromatógrafo del vapor del espacio de cabeza, se puede realizar con jeringas especialmente diseñadas para gases, o mediante sistemas electroneumáticos<sup>12</sup>.

La introducción del vapor necesita una diferencia de presión entre la jeringa y la columna, que puede alcanzarse de dos formas: aumentando la presión en la jeringa mediante el empuje del émbolo, o disminuyendo la presión en la cabeza de la columna, que se consigue reduciendo la presión del gas portador. La inyección múltiple o repetida de la misma muestra es posible gracias a sistemas comerciales automáticos. Existen dispositivos capaces de inyectar los espacios de cabeza de una serie de muestras, colocadas en viales, los cuales han de encontrarse uniformemente termostatizados y presurizados. Se evitan, así, errores en el muestreo, obteniendo resultados reproducibles.

Las ventajas de esta técnica<sup>13,14</sup> radican en que es un método rápido, barato y no destructivo, que no precisa la preparación previa de la muestra, y en el que los compuestos no volátiles de la matriz no interfieren en el posterior análisis cromatográfico. Es muy útil para el análisis de compuestos volátiles en recipientes, en donde éstos se analizan directamente en el envase<sup>11</sup>. Por último, una ventaja adicional, es que la vida de la columna se alarga por introducir sólo solutos gaseosos en ella.<sup>9</sup>

Sin embargo posee algunos inconvenientes<sup>15</sup>:

– Pueden adsorberse componentes traza o producirse la condensación de compuestos presentes a altas concentraciones y de alta volatilidad.<sup>16,2</sup> Para evitarlo, es necesario precalentar la jeringa.

– La optimización tiene que ser muy rigurosa para cada compuesto ya sea por el tiempo, como por la temperatura del proceso.<sup>13,14</sup>

– No es útil para el análisis de compuestos con alto punto de ebullición. Estos compuestos permanecen en la muestra original junto con los componentes no volátiles. A su vez no posee una buena sensibili-

dad. Resulta, por tanto, muy difícil el análisis de muestras con compuestos de distintas volatilidades. Se puede aumentar la concentración de volátiles de bajo punto de ebullición en el espacio de cabeza, sin variar la temperatura, ajustando el pH<sup>15</sup> o añadiendo sales<sup>10,17,18</sup>, a la muestra, de tal forma que se desplace el equilibrio hacia la fase vapor.

## ESPACIO DE CABEZA DINÁMICO

Para la resolución de problemas analíticos que requieren mayor sensibilidad<sup>19,20</sup>, se recurre al espacio de cabeza dinámico o espacio de cabeza de concentración.<sup>21</sup>

De forma general<sup>10</sup> la técnica de espacio de cabeza dinámico consta de tres etapas:

- 1) Arrastre continuo de la muestra a cargo de un flujo de gas inerte (He o N<sub>2</sub>).
- 2) Atrapamiento de los compuestos volátiles.
- 3) Transferencia de los compuestos volátiles al sistema GC.

**Primera etapa:** Se pasa una corriente o flujo de gas inerte a través de la matriz original, arrastrándose tanto los compuestos volátiles que se encuentran en el espacio de cabeza, como los que se están disueltos o atrapados en la matriz<sup>2</sup>. El flujo de gas actúa como fuerza distorsionadora del equilibrio termodinámico, el cual en estas condiciones no se mantiene, con lo que los compuestos del espacio de cabeza no vuelven a la matriz. Por este motivo, es mucho más eficaz el arrastre por medio de espacio de cabeza dinámico, que por espacio de cabeza estático, donde la ausencia de flujo de gas permitía el equilibrio termodinámico. Barriendo la muestra durante 10 min., con un flujo continuo de 50 ml/min. se consigue una mayor y mejor preconcentración que mediante un espacio de cabeza estático de 500 ml.<sup>22</sup>

En el barrido a través de muestra o también denominado purga dinámica, los compuestos volátiles se difunden fácilmente a través de la muestra y alcanzan rápidamente el espacio de cabeza, no siendo así para el caso del barrido superficial. Los compuestos difunden más fácilmente al aumentar la superficie de contacto entre la muestra y el gas de arrastre. Por tanto para el caso de muestras sólidas dividiendo el sólido en partículas lo más pequeñas posibles<sup>23</sup> (rallando, moliendo, etc.) se aumentaría la superficie de contacto y por tanto la eficacia del arrastre.

Existen cuatro formas distintas de realizar el arrastre con gas inerte:

1) *Dispersador con fritado*: El esquema del montaje se muestra en la fig. 3a. El gas pasa a través del fritado desde el fondo del dispersador y atraviesa la muestra. Como el fritado posee abundantes poros, el gas se dispersa en pequeñas burbujas que se distribuyen homogéneamente a través de toda la muestra.

2) *Dispersador sin fritado*: El gas pasa a través de la muestra, desde el fondo de dispersador, en una única corriente de burbujas, más gruesas que en el caso anterior.

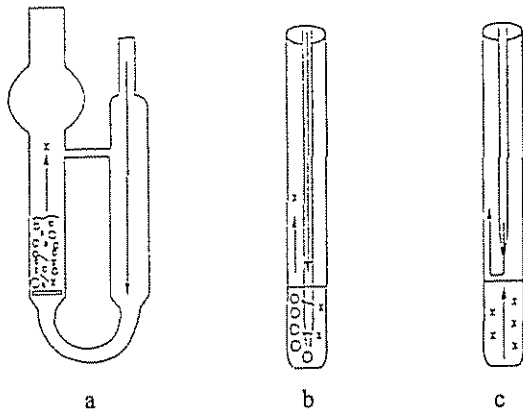


Fig. 3: Tres tipos de recipientes de arrastre: a) con fritado; b) de aguja, y c) para barrido superficial.

3) *Dispersador con aguja*: El gas se introduce hacia el fondo a través de una aguja y forma una corriente de burbujas. Es conveniente introducir lo más posible la aguja de purga en la muestra, para asegurar al máximo el flujo de gas a través de la misma (Fig. 3b).

4) *Barrido superficial*. Se pasa una corriente de gas sobre la superficie de la muestra, en vez de a través de ella. Este procedimiento es aplicado en el caso de productos que son propensos a crear espumas, como es el caso de los fluidos biológicos, debido a la propiedad espumante de las proteínas. También se aplica este procedimiento para muestras sólidas (Fig. 3c).

La purga más eficaz es la que utiliza un dispersador con fritado, ya que proporciona una corriente de burbujas finas en muchas direcciones, mientras que el dispersador sin fritado, o en forma de aguja proporciona una única corriente de flujo de gas.

Cualquiera que sea el sistema de arrastre utilizado, se debe evitar la introducción de impurezas en el sistema, que pueden proceder de:

*Gas de arrastre*<sup>21</sup>: El gas usado para la purga deba ser, al menos, 99,999% puro. De todas formas se ha de realizar un estudio de las posibles impurezas del gas, ya que no todas han de ser nocivas y contaminantes. Los contaminantes volátiles del gas, serán retenidos por la trampa y transferidos posteriormente al sistema cromatográfico, apareciendo picos de fondo en el cromatograma. Estos contaminantes pueden, a su vez, atrapar compuestos volátiles de la muestra de interés, causando que éstos no aparezcan en el cromatograma. Para prevenir estos errores, se puede acoplar un sistema adsorbente antes de que el gas alcance a la muestra.

*Instalación neumática*<sup>24, 25</sup>: También es importante, para reducir errores, utilizar conexiones "limpias" (de teflón, vidrio o metal); cualquier tubo o conexión de plástico debe ser eliminado del sistema porque actúan como fuentes de volátiles detectables

*Agua de análisis*<sup>5, 21</sup>: También es necesario tener en cuenta la pureza del agua a utilizar, por ejemplo, en la preparación de mezcla patrón. El agua MilliQ proporciona, en principio la pureza necesaria para la realización del análisis. Es importante, por tanto, asegurarse mediante la realización de pruebas en blanco

Una variante aplicable en esta etapa es el **Sistema de purga cerrado**<sup>23, 10</sup>: una pequeña cantidad de gas inerte está repetidamente circulando a través de la muestra. Son más complicados en el montaje, pero poseen la ventaja de que la contaminación de la muestra por las impurezas del gas de purga están minimizadas. Además, en el caso de gases de alto precio (He) o de análisis con largos tiempos de purga, resultan más aconsejables por la reducción de costes

**Segunda etapa**: Los volátiles se recogen en trampas, las cuales deben cumplir las siguientes condiciones<sup>24</sup>: 1ª) a bajas temperaturas deben retener los compuestos de interés, permitiendo que, tanto el gas de arrastre como el agua pasen sin ser adsorbidos. 2ª) Cuando se calientan a altas temperaturas deben desorber los compuestos de interés rápida y eficazmente. 3ª) No deben contribuir con volátiles propios. 4ª) No han de facilitar reacciones químicas o de transformación y modificación en los compuestos volátiles. 5ª) Han de ser estables y con un tiempo de vida larga

Los tipos de trampas más comunes son los siguientes:

- Trampas con disolvente: El gas burbujea a través del disolvente, quedando los volátiles disueltos en él.

- Concentración en cabeza de columna "On Column"<sup>25</sup>: La columna cromatográfica sirve como trampa y permite realizar el crioenfoque de las muestras a analizar.

- Trampas capilares<sup>7</sup>: Capilar recubierto de material polimérico, con igual o distinta composición que la columna cromatográfica. Se coloca justamente antes de la entrada de la misma.

- Trampas criogénicas<sup>23</sup>: La corriente de gas se hace circular a través de una trampa refrigerada en la que se condensan los compuestos volátiles que se pretenden analizar. Responden adecuadamente frente a los compuestos polares o lábiles

- Trampas con relleno adsorbente<sup>24, 25</sup>: Constan de partículas con distinta composición química y son, junto con las trampas criogénicas, las más utilizadas.

Los adsorbentes más usados son los siguientes:

- Tenax<sup>25, 26</sup>: Es un polímero poroso (óxido de poli[2,6-difenil-p-fenileno]) hidrofóbico. Es, probablemente, el adsorbente más utilizado. Existen tres variedades que se diferencian en su grado de pureza GR>TA>GC. Su mayor desventaja es que la retención de compuestos volátiles polares, tipo alcohol, es muy pobre<sup>21</sup>.

- Gel de sílice<sup>1</sup>: Es un adsorbente más potente que el Tenax, pero tiene inconvenientes, ya que adsorbe gran cantidad de agua y no es capaz de

desorber bien compuestos ligeros. Suelen utilizarse en trampas mixtas.

– Tierra de diatomasa<sup>27,28</sup>. (Chromosorb W-AW): sólo retiene compuestos pesados, con punto de ebullición >200 °C. Desorbe estos compuestos fácilmente.

Otro tipo de adsorbentes utilizados son los basados en el carbón:

– El carbón activo<sup>6,27</sup>, aunque tiene superficie específica elevada y buena estabilidad térmica, posee la gran desventaja de su gran afinidad por el agua y por los compuestos volátiles polares. Estos compuestos pueden ser irreversiblemente adsorbidos o descompuestos antes de la desorción.

– Carbón de coco<sup>27</sup>: Atrapa compuestos orgánicos a partir de punto de ebullición de aproximadamente 35 °C.

– Carbón grafitizado<sup>29,30</sup>: (Carbopack, Carbotrap, Carbograph). Desorbe compuestos de distinto rango de volatilidad, con bastante eficacia.

– Tamiz molecular (Spherobar)<sup>28,30</sup>: Es un fuerte adsorbente, que atrapa compuestos con punto de ebullición bajos, desorbiéndolos después fácilmente. Sin embargo, desorbe más lentamente los compuestos con punto de ebullición mayor de 70 °C<sup>31</sup>.

Un factor a considerar en la elección de la trampa es el problema del "breakthrough"<sup>9,25</sup> o rebosamiento<sup>9</sup>, el cual ocurre cuando el volumen de purga es excesivo. La trampa se satura y los compuestos de interés se eluyen prematuramente desde la misma perdiéndose sin ser determinados. Los compuestos ligeros o de bajo peso molecular son especialmente vulnerables a este fenómeno. Se puede corregir este efecto, usando trampas múltiples, colocadas en serie, con distintos tipos de adsorbentes<sup>32</sup>, además de esta forma se pueden determinar con máxima eficacia distintos tipos de compuestos.

Antes de ser utilizadas estas trampas han de ser acondicionadas<sup>1</sup>. El procedimiento a seguir suele ser calentar a una temperatura superior a la utilizada para la desorción, mientras que se le pasa una corriente de gas inerte a un flujo bajo (20-40 ml/min.)<sup>33</sup>. En algunos casos se pueden lavar con disolventes como éter etílico, para eliminar las posibles impurezas<sup>34,35</sup>.

Aunque los adsorbentes utilizados sean hidrofóbicos<sup>20,35</sup> puede producirse la condensación de vapor de agua en la trampa. El vapor de agua quedará, entonces, ocluido en los poros del adsorbente e inhibirá la difusión de los compuestos volátiles disminuyendo, por tanto, la eficacia del proceso<sup>36</sup>.

El paso de agua a la columna puede extinguir la llama del FID<sup>37</sup> y ocasionar variación en los tiempos de retención y las respuestas de compuestos que eluyen cerca del pico del agua<sup>26</sup>.

Las soluciones más útiles que se han propuesto para evitar la condensación de agua en la trampa son las siguientes:

– Calentar los tubos de conexión<sup>25,37</sup>.

– Purga seca<sup>24</sup>: Se purga la trampa adsorbente con el gas inerte seco, para eliminar el vapor de

agua, después de la etapa de arrastre. Así, de esta manera, el agua no será transferida al sistema cromatográfico. Para esto hay que contar con no llegar al volumen de rebosamiento<sup>33,38,39</sup>.

– Intercalar un adsorbente selectivo de agua: Se introduce una pieza o tubo rellena de agente desecante, el cual adsorbe todo el vapor de agua que pase por el sistema. Ejemplos de agentes desecantes son el P<sub>2</sub>O<sub>5</sub><sup>40</sup>, provisto o no de indicador, Mg(ClO<sub>4</sub>)<sup>41</sup>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, etc.

– Intercalar filtros de membrana tipo Nafión<sup>26</sup>, con el mismo papel que el agente desecante, es decir, eliminar el agua antes de llegar a la trampa.

– Por medio de un sistema especial (Cyclon Water Management System)<sup>42,43</sup>. Se produce la separación de la fase líquida (agua) y la fase gaseosa (analito) mediante la condensación del vapor de agua que produce el paso de la mezcla a través de un "vórtice turbulento".

Hay que comprobar para cada tipo de desecante y muestra en particular que no producen volátiles adicionales y que no atrapan compuestos volátiles de interés.

### Eficacia del sistema

Los parámetros a controlar en la etapa de arrastre son tres fundamentalmente<sup>4,44,45</sup>.

1) *Temperatura de la muestra*: El aumento de temperatura influye en la recuperación de cada componente volátil al aumentar la presión de vapor. Sin embargo hay que tener en cuenta las posibles reacciones secundarias y de transformación que pudieran darse entre los componentes de la matriz original.

Si los compuestos a determinar son altamente solubles en la disolución original, se obtendrá una mínima eficacia de arrastre. El metanol es altamente soluble en agua, esto hace que la recuperación puede llegar a ser incluso menor al 10%.

2) *Flujo de gas*<sup>45,46</sup>: Este valor dependerá del tipo de muestra en cada caso en particular. En el caso de muestras con componentes todos ellos ligeros el flujo deberá ser, en muchos casos, menor. Se recomienda un flujo de 40-60 ml/min.

3) *Tiempo de arrastre*: Está intimamente unido al flujo de gas, ya que el valor importante es, en realidad, el volumen total utilizado:

$$\text{Volumen de purga} = \text{tiempo} * \text{flujo}$$

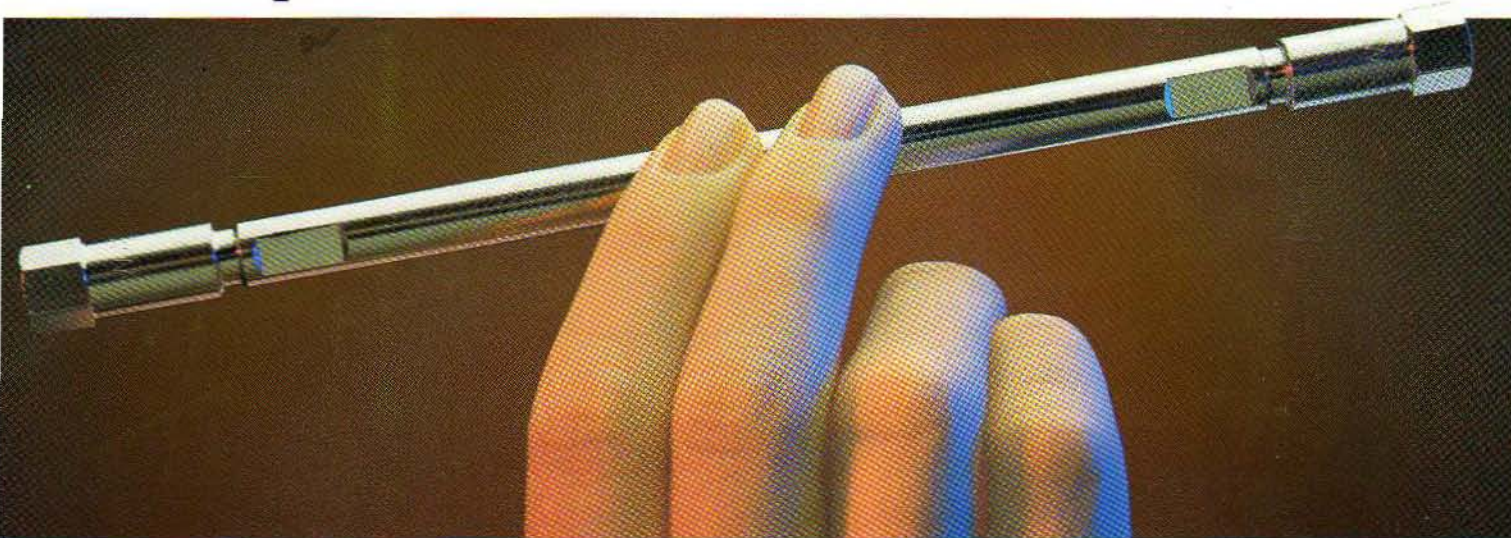
Se debe optimizar ensayando con distintos tiempos de purga, hasta que el área de integración obtenido en el cromatograma sea máxima o se mantenga constante.

**Tercera etapa:** El último paso del espacio de cabeza dinámico es transferir los compuestos volátiles desde la trampa a la columna cromatográfica. Puede ser realizado de dos formas muy diferentes<sup>47</sup>:

1) Pueden ser desorbidos de la trampa mediante un lavado con un pequeño volumen de disolvente, el cual posteriormente ha de ser concentrado antes de la inyección en el cromatógrafo<sup>48</sup>.



# Admitámoslo: Usted necesita la mejor solución para validar sus métodos

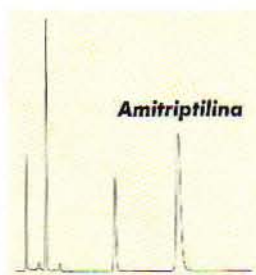


## Symmetry C<sub>18</sub> y C<sub>8</sub> La columna estándar para la nueva generación de análisis en HPLC.

Ahora, con las nuevas columnas de HPLC Symmetry™ de Waters, existe un nuevo estándar de calidad para agilizar la validación en el análisis de fármacos. Esta nueva tecnología en columnas le ofrece una incomparable simetría en los picos y, por tanto, una mayor sensibilidad, cuantificación precisa y óptima reproducibilidad para una total confianza en los resultados a largo plazo de sus análisis por HPLC.

### Hemos empezado por el principio

Esto significa desarrollar la sílice Symmetry desde el principio – sintetizar nuevas partículas de sílice de alta pureza con reactivos ultrapuros, mejorar cada paso en el proceso de fabricación –, controlar tamaño y enlace químico de la fase, acabado de precisión y limpieza química del acero de la columna y terminales, empaquetado y ensayo. Significa también que cada columna Symmetry reúne la calidad necesaria para mantener la idoneidad de su HPLC durante muchos análisis.



Amitriptilina (pKa 9), análisis reconocido como complejo, tiene un coeficiente de asimetría de 2.0 con fase móvil a pH 7 sin modificador tipo amina.

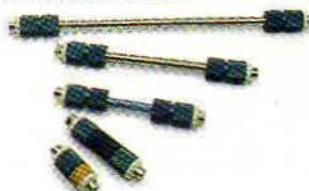
### Establezca un nuevo estándar en sus análisis por HPLC

Symmetry, el estándar que se mantiene columna a columna, año tras año, no importa dónde o quién utilice el método. Este es el nuevo estándar en análisis por HPLC.

¿Está interesado en el desarrollo de métodos para fármacos?  
Consúltenos.

Waters Cromatografía, S.A.  
Barcelona (93) 3259616  
Madrid (91) 7290300  
Sevilla (95) 5681151

Columnas Symmetry también en cartuchos con conectores reutilizables.



Symmetry es una marca registrada de Waters Corporation. © 1994 Waters Corporation.

Waters



## ¿Se jugaría usted meses de trabajo por utilizar agua de mala calidad?

En el laboratorio, los iones, la materia orgánica, las partículas, los microorganismos y los pirógenos contenidos en el agua son una fuente de variables imprevisibles que pueden echar a perder meses de trabajo. Por ello, es crítico disponer de un sistema de purificación de agua capaz de eliminar, de forma consistente, los contaminantes del agua, en lugar de producirlos...

Más de 25.000 laboratorios de todo el mundo han elegido un sistema Milli-Q® Plus para proteger su trabajo de los



imprevistos. ¿Por qué? Ningún otro equipo produce agua de una calidad mayor, ni más constante, que un Milli-Q. Hoy existen cuatro modelos para cubrir cualquier requisito. Los cuatro tienen en común el módulo de purificación QPAK™, patentado por Millipore, y el filtro final Millipak®, para eliminar toda clase de contaminantes.

Además, a diferencia de otros equipos, los sistemas Milli-Q producen agua de calidad constante, gracias a la recirculación automática intermitente y al indicador luminoso de sustitución del módulo QPAK.

En resumen, ¿por qué jugarse meses de trabajo? Llame ahora a Millipore (en Madrid: 91-729 03 00; en Barcelona: 93-325 96 16) y recibirá, sin ningún compromiso, un completo paquete de información sobre purificación de agua.

### Hay un sistema Milli-Q para cada situación.

**Milli-Q RG:** Sistema económico para gran variedad de análisis.

**Milli-Q Plus:** El standard mundial para análisis de alta sensibilidad.

**Milli-Q 185 Plus:** Sistema avanzado para análisis orgánicos de alta sensibilidad.

**Milli-Q PF Plus:** Sistema para aplicaciones biológicas, como cultivo celular, PCR o técnicas de ADN recombinante.

La desorción mediante disolvente permite realizar varias inyecciones de un mismo arrastre. Pero este sistema posee fuentes de error adicionales en el análisis: la del lavado y la de evaporación del disolvente, en el que se pierden también analitos de interés<sup>48</sup>

2) Mediante desorción térmica. Sólo se puede realizar un análisis de un mismo concentrado, pero la sensibilidad es mucho mayor que el proceso anterior y sólo posee un error adicional<sup>17</sup>

Los volátiles son desorbidos mediante una corriente de gas inerte a una determinada temperatura. (Es importante colocar los tubos de tal forma que la corriente de gas inerte se dirija en sentido opuesto al flujo de gas en la anterior etapa de arrastre). Los compuestos de interés, arrastrados, se condensan en una trampa. Al calentarse rápidamente la trampa, los analitos de interés son inyectados directamente a la columna

Se puede realizar la desorción por medio del calentamiento con microondas<sup>29</sup>. En estos sistemas se alcanzan temperaturas altas (600 °C, aproximadamente) en un tiempo muy corto (alrededor de 20 s.), lo que supone una ventaja frente a la desorción mediante horno eléctrico. Sin embargo en estos sistemas de calentamiento con microondas sólo pueden ser utilizados como adsorbentes en las trampas carbón activo o polvo de grafito. Además corriente es la formación de compuestos no deseados como hidrocarburos aromáticos, CO y CO<sub>2</sub>

Existen distintos modelos comerciales<sup>49</sup>: En el TCT la muestra puede ser transferida al horno de desorción mediante inyección directa por septum a un tubo de vidrio o acoplado directamente el tubo con la muestra ya adsorbida por una etapa preconcentración anterior. El modelo ATD<sup>12</sup> consta de un sistema con dos etapas de desorción térmica, en la que los volátiles sufren un segundo paso de adsorción y desorción antes de ser transferidos a la columna cromatográfica<sup>50</sup>.

#### **Sistema purga y trampa "Purge & Trap"<sup>49</sup>:**

Es un sistema automático de preconcentración, separación y determinación de los compuestos volátiles de interés, que se encuentran en una matriz.

La preconcentración se puede realizar mediante espacio de cabeza estático, como mediante espacio de cabeza dinámico, ya sea por purga o por barrido superficial del gas inerte, dependiendo si se tratan de muestras sólidas o líquidas.

Una vez que se han optimizado todas las condiciones de análisis, todas las etapas de éste se realizan automáticamente. Por tanto los errores están minimizados. Incluso la adición de patrón interno también se realiza automáticamente

#### **APLICACIONES**

Tanto el espacio de cabeza estático, como dinámico se emplean en distintas áreas de interés. Se pueden destacar las siguientes:

#### *Alimentos*

La composición del espacio de cabeza en alimentos es muy similar a la del aroma tal y como se aprecia por la nariz humana. Por ello los análisis mediante espacio de cabeza estático presentan interés en estudio de correlación con caracteres organolépticos en alimentos como el café<sup>50</sup>, aceite<sup>16</sup> y otros<sup>51</sup>

Es también muy utilizado en análisis de control de calidad de rutina, por medio de sistemas automáticos. Ejemplos característicos son el yogur<sup>15</sup>, té<sup>51</sup>, etc

El espacio de cabeza dinámico se emplea, con bastante éxito en la determinación y cuantificación de volátiles en muchos alimentos: cabe citar el estudio de la maduración de los tomates en base a la modificación del aroma<sup>52</sup>, o la variación en los volátiles en carne fresca al someterla a distintos tipos de preparación (frita, asada, etc.)<sup>32</sup>.

Se ha aplicado, también, esta técnica para la diferenciación de distintas variedades de alimentos, ya sean variedades naturales como por ejemplo cebolla<sup>53</sup> o plátanos<sup>52</sup>, o producidos por distintas formas de elaboración como ocurre en quesos<sup>54, 2</sup>.

El método de purga por barrido se aplica al análisis de alimentos voluminosos, por ejemplo, frutas enteras, trufas<sup>55</sup>, o al análisis de hojas: peral<sup>56</sup> tabaco<sup>57</sup>, etcétera.

Es de gran utilidad en el estudio de alimentos que poseen un olor muy débil, como es el caso de la leche<sup>58</sup>. Se han realizado estudios de sus componentes volátiles en muestras que han recibido distinto tratamiento tecnológico: leche UHT<sup>59</sup>, pasteurizada<sup>60</sup>, refrigerada<sup>17</sup> o productos lácteos como la mantequilla<sup>3</sup>.

Puede destacarse la determinación de compuestos volátiles en otro tipo de alimentos, como por ejemplo el análisis de pirazinas<sup>61</sup> en zanahorias frescas y en productos derivados, que se distinguen por el tratamiento tecnológico aplicado: secadas, congeladas, secadas-congeladas, en conserva, troceadas, etc. En el caso de los licores<sup>62</sup> y vino<sup>63</sup>, su calidad está directamente relacionada con su aroma, de ahí la importancia del estudio de sus componentes volátiles, tanto los que contribuyen al carácter afrutado de vino blanco jóvenes, como los que caracterizan el "bouquet" de los vinos tintos envejecidos y licores destilados.

Se pueden analizar los componentes volátiles de los distintos alimentos para observar las variaciones y transformaciones que sufren éstos por el tiempo o condiciones de almacenamiento. Los componentes volátiles a determinar, en este caso, son de dos tipos:

1) Compuestos propios del alimento en sí, pero que debido al tiempo de almacenamiento, han aumentado o disminuido en su proporción (ej.: variaciones en los compuestos volátiles de la leche UHT<sup>64</sup>, pasteurizada<sup>65</sup>, café<sup>66</sup>, quesos azules<sup>67</sup>). 2) compuestos que inicialmente no se encuentran en el alimento, pero que por medio de reacciones o transformaciones aparecen y su concentración variará en función del tiempo o de las condiciones de almacenamiento. Así se han determinado compuestos azufrados en

leche<sup>68,69</sup> o los volátiles de cadena corta, con olor a rancio<sup>70</sup>, provenientes de la oxidación lipídica, de alimentos como aceite<sup>71</sup>.

En estas transformaciones también influyen la composición del envase en las que se encuentra almacenado el alimento<sup>72</sup>, en función de características como permeabilidad o porosidad, etc.

#### *Contaminantes en general*

El análisis más característico es la determinación de compuestos orgánicos (VOC'S), ya sea en aguas<sup>24</sup> (residuales, de consumo, etc.) o en el aire. En ambos casos se necesita realizar una preconcentración exhaustiva, que puede llevarse a cabo gracias al espacio de cabeza dinámico o de preconcentración.<sup>19,20</sup>

Es de interés la determinación de los compuestos volátiles de carburantes, ej.: compuestos aromáticos en gasolina.<sup>74,75</sup>

Se podrían incluir aquí los volátiles provenientes de humo de cigarrillos<sup>76</sup>.

La técnica de espacio de cabeza se ha usado extensamente en la determinación de contaminantes o compuestos tóxicos que pueden encontrarse en los alimentos<sup>17</sup>, por ejemplo volátiles halogenados en bebidas, harinas<sup>19</sup>, o compuestos metálicos en zumos<sup>12</sup>. También en el envase que lo contiene, como determinación de benceno (compuesto altamente cancerígeno) en agua embotellada<sup>31</sup> o también en materiales que estén en contacto con alimentos.<sup>73</sup>

#### *Aplicaciones médicas*

La técnica de espacio de cabeza por barrido superficial es un método muy adecuado para la investigación del metabolismo de sistemas vivos durante períodos largos de tiempo y en su medio natural, debido a las condiciones suaves y no destructivas en las que se realiza. De esta forma se estudian los metabolitos volátiles de distintos microorganismos para su diferenciación taxonómica y la caracterización de las distintas enfermedades producidas.<sup>52</sup>

Se ha aplicado al estudio de compuestos volátiles de la respiración<sup>40</sup> o de fluidos biológicos, como orina (diagnóstico de infecciones), suero<sup>52</sup>, sangre<sup>77</sup>, leche materna<sup>77</sup> etc.

Se aplica, también, a la determinación de compuestos tóxicos en implantes que van a formar parte del cuerpo humano (ej.: análisis de benceno en dentaduras postizas)<sup>8</sup>.

Se aplican estas técnicas, y con bastante éxito también, a la identificación de todo tipo de drogas, ya sean drogas de abuso<sup>78</sup>, o fármacos.<sup>52</sup>

#### *Plantas*

La técnica de espacio de cabeza es útil en el estudio de componentes volátiles ya sea en hierbas y plantas aromáticas como en la determinación de volátiles en flores, ej.: rosas<sup>52</sup>. Se ha utilizado esta técnica tanto para la clasificación taxonómica de plantas

como para establecer las diferencias entre unas variedades y otras en función de sus compuestos volátiles.<sup>79</sup>

#### *Análisis forenses:*

Se puede destacar la identificación de componentes traza de materiales inflamables durante la investigación de las causas de los incendios.<sup>78</sup>

#### **BIBLIOGRAFÍA**

1. Núñez J y Maarse H, *Chromatographia*, 21 (1986), 44.
2. Careri M, Manini P y Spagnoli S, *Chromatographia*, 38 (1994), 386.
3. Lee S, Macku C y Shibamoto T., *J Agric Food Chem.*, 39 (1991) 1972.
4. Drozd J y Novak J, *J. Chromatogr.* 165 (1979), 141.
5. Grob K y Habich B., *J. Chromatogr.* 321 (1985), 45.
6. Werkhoff S y Bretshneider D A., *J. Chromatogr.* 405 (1987), 87.
7. Tabera J, Reglero, G, Herráiz M y Blanch G., *H.R.C. & C.C.*, 14 (1991), 392.
8. Barry T, Pttezinger y Lehr G., *J. AOAC Intern.*, 78 (1995), 413.
9. Kolb E. y Pospisil P., "Sample Introduction in Capillary Gas Chromatography", *Chromatographic Methods* Ed. P. Sandra 1985.
10. Gordon M., *Inter. Analyst*, 2 (1978), 16.
11. Hinshaw J.V., *LC-GC Intern.*, 3 (1990), 24.
12. Nisperos-Carriedo M.O. y Shaw P.E., *J. Agric Food Chem.*, 38 (1990), 1.048.
13. Barberio J y Twibell J., *H.R.C. & C.C.*, 14 (1991), 637.
14. Grob K, Artho A., Frauenfelder C y Roth Y., *H.R.C. & C.C.*, 13 (1990), 257.
15. Ulberth F., *J. AOAC Inter.*, 74 (1991), 631.
16. Ulberth F y Roubicek D., *Food Chem.*, 46 (1993), 137.
17. Barcarolo R. y Casson P., *H.R.C.*, 18 (1995), 5.
18. Montaña A., Sánchez A.H., Rejano L., *J. Chromatogr.* 521 (1990), 277.
19. Page B y Lacroix G., *J. Chromatogr.*, 648 (1993), 199.
20. Venema A., *H.R.C. & C.C.*, 9 (1986), 637.
21. Venema A., *H.R.C.*, 13,8 (1990), 538.
22. Horwood J.F., *Aust. J. Dairy Technol.*, 11 (1989), 91.
23. Barcarolo R., Casson P. y Tutta C., *H.R.C. & C.C.*, 15 (1992), 307.
24. Vandegrift S., *J. Chromatogr. Sci.*, 26 (1988), 513.
25. Ramarathnam N., Rubin L.J. y Diosady L., *J. Agric Food Chem.*, 41 (1993), 934.
26. Janicki W., Wolska L., Wardencki W. y Namiesnik J., *J. Chromatogr.* 654, (1993), 279.
27. Clark R.G. y Cronin D.A., *J. Sci. Food Agric.* 26 (1975), 1615.
28. Urbach G., *J. Chromatogr.* 404 (1987), 163.
29. Imhof R. y Bosset J., *H.R.C. 7 C.C.* 14 (1991), 621.
30. McCaffrey C.A., MacLachlan J. y Brookes B.I., *Analyst*, 5 (1994), 897.
31. McNeal T., Nyman P., Diachenko G. y Hollifield H., *J. AOAC Intern.*, 76, 6 (1993), 1213.
32. Ramarathnam N., Rubin L. y Diosady L., *J. Agric. Food Chem.*, 4 (1993), 933.
33. Ishihara K. y Honma N., *J. Food Comp. Anal.*, 5 (1992), 139.
34. Takashi T., Imai T., Doi Y., Kurata T. y Kato H., *Agric. Biol. Chem.*, 43 (1979), 1.351.
35. Olafsdottir G., Steinke J.A. y Lindsay R.C., *J. Food Sci.*, 50 (1985), 1.431.
36. Haynes L.V. y Steimle A.R., *J.H.R.C. & C.C.* 10 (1987), 441.
37. Takeoka G., "Capillary Gas Chromatography in Food Control and Research". Ed. Wittkoski y Matissek, 1992, 133.
38. Park P., Goins R., *J. Agric. Food Chem.*, 40 (1992), 1581.
39. Hartman T., Lech J., Karmas K., Salinas J., Rosen R. y Chi-Tang Ho., "Flavor Measurement" Ed. Manley C., 1993, 37.
40. Ghos Y., Hiele M., Rutgeerts y Vantrappen., *H.R.C. 7 C.C.*, 12, (1989), 739.

41. Doskey P.V., H.R.C. & C.C., 14 (1991), 724
42. Westendorf R., Pittsburg Conf. Analytical Chem. and Applied Spect., L.A. 1992 Tomado de referencia 43
43. Vickers A.K. y Datta M., American Lab., n° 1 (1993), 28
44. Contarini G. y Leardi R., H.R.C. & C.C., 17 (1994), 91
45. Bartley J.P., J. Food Sci., 53 (1988), 138.
46. Imhof R. y Bosset J., H.R.C. & C.C., 17 (1994), 25
47. Morales M.T. y Aparicio R., Analitica Chim. Acta, 282 (1993), 423
48. Dunn H.C. y Lindsay R.C., J. Dairy Sci., 68 (1985), 2 853
49. Badings H.T. y Jong C., H.R.C. & C.C., 8 (1985), 755
50. Esteban J.L., Martinez Castro I., Sanz J., J. Chromatogr., 657 (1993), 155.
51. Coleman W.M., White J.L., Perfetti T.A., J. Chromatogr. Sci., 32, 8 (1994), 323
52. Ioffe B.V., Vitenberg A.G., "Headspace Analysis and Related Methods in GC", Ed John Wiley & Sons, 1982, 233
53. Kallio H. y Salorinne L., J. Agric. Food Chem., 38 (1990), 1.560.
54. Bosset J.O. y Gauch R., Int. Dairy Journal, 3 (1993), 359.
55. Talou T., Delmas M., y Gasset A., J. Ess. Oil Res., 1 (1989), 281
56. Flath, R.A. y Forrey R.R., J. Agric. Food Chem., 38, 1990, 1060
57. Coleman W.M., J. Chromatogr. Sci., 30, 1992, 159.
58. Wellnitz-Ruen W., Reineccius G. y Thomas E., J. Agric. Chem., 30 (1982), 512
59. Jaddou H., Pavey J. y Manning D., J. Dairy Res., 45 (1978), 391
60. Vallejo-Córdoba B. y Nakai S., J. Agric. Chem., 42 (1994), 994.
61. Lund E., Food Chem., 77 (1994), 416
62. Shimoda M., Shibamoto T. y Noble A., J. Agric. Food Chem., 41, 10 (1993), 1664.
63. Moio L., Etivant P., Addeo F., Vigne Vini, 20, 5 (1993)
64. Gaafar A.M., Milchwissenschaft, 46 (1991), 233
65. Imhof R. y Bosset J.O., Lebensm-Wiss. Technol., 27 (1994), 265
66. Kallio H., Leino M., Koullias K., Kallio S., Kaitaranta J., Food Chem., 36 (1990), 135
67. Contarini G. y Toppino P., Int. Dairy J., 5 (1995), 141.
68. Leland J.V., Reineccius G.A. y Lahiff M., J. Dairy Sci., 70 (1987), 524
69. Christensen K.R. y Reineccius G.A., J. Dairy Sci., 75 (1992), 2 098
70. Roozen J.P., Frankel E. y Kinsella J.E., Food Chem., 50 (1994), 39
71. Roozen J.P., Frankel E.N., Kinsella J.E., Food Chem., 50 (1994), 33
72. Hartman T., Overton S., Manura J., Baker C., Manos J., Food Technol., 7 (1991), 105
73. Jickells S., Philo M., Gilbert J. y Castle L., J. AOAC Inter., 76, 4 (1993), 760.
74. Hazard S., Supelco Rep., 13 (1994), 22.
75. Wang S., Stuart J.D., Levine S.P., Ke H., H.R.C. & C.C., 14 (1991), 757.
76. Bell R.E., Intern. J. Environ. Anal. Chem., 33 (1988), 219.
77. Boland W., Ney P., Jaenicke L. y Gassman G., "Analysis of Volatiles", Schreier P., Ed. W. de Gruyter, Berlin (1988), 371
78. Giddings J.C., Grushka E., Brown P., "Advances in Chromatography", vol. 32 (1992), 150.
79. Chialva F., Gabri G., Liddle A.P., Ulian F., H.R.C. & C.C., 5 (1982), 182

\* \* \*

# Información bibliográfica

## RESEÑA DE LIBROS

### **Nomenclatura para cromatografía, por L.S. Ettre.**

Traducido al castellano por M.I. Jiménez Vacas; revisado por M.V. Dabrio, J. Sanz e I. Martínez Castro. Publicado por el Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (RSEQ), 80 pp., 1.500 ptas.

La Comisión para la Nomenclatura Analítica de la IUPAC ha trabajado activamente en los últimos años en la definición de términos y símbolos cromatográficos. Después de varias propuestas la comisión ha desarrollado recientemente una nomenclatura unificada de la cromatografía.

Dicha nomenclatura abarca la mayor parte de los términos y definiciones utilizadas en las técnicas cromatográficas, tales como cromatografía de gases, líquidos y fluidos supercríticos, así como la cromatografía en plano y en columna y las cromatografías de reparto, adsorción, intercambio iónico y exclusión. Se incluyen también definiciones para la descripción del proceso de separación, del sistema cromatográfico y equipo, y de las propiedades de los detectores.

El primer capítulo presenta la terminología general, atendiendo a las distintas modalidades de la cromatografía, clasificadas por el tipo de lecho cromatográfico, el estado físico de la fase móvil o el mecanismo de separación. En el segundo, se presentan términos relacionados con el sistema cromatográfico (instrumentación propia de cromatografía en columna y en plano). El tercero, el más amplio, presenta los términos relacionados con el proceso cromatográfico y con la teoría de la cromatografía y define gran cantidad de parámetros de interés (permeabilidad específica de las columnas, velocidad reducida de la fase móvil, distintas medidas de la eficacia, etc.), incluyendo las correspondientes ecuaciones. El cuarto capítulo se refiere a la detección, mientras que el quinto y el sexto se dedican a la cromatografía de exclusión y a la de cambio iónico, respectivamente.

Se incluyen además una lista alfabética de términos, una extensa lista de símbolos y otra de acrónimos.

La presente versión trata de compatibilizar la mayor fidelidad posible al original inglés, con el máximo respeto a la lengua castellana. En la mayor parte de los casos, se mantiene la terminología habitualmente empleada: sin embargo, cuando ésta es incorrecta o pudiera inducir a error, se proponen nuevos términos en sustitución de los antiguos.

Esta obra es de interés para todos los usuarios de cualquiera de las modalidades de la cromatografía, tanto si se dedican a la docencia como al control de calidad o a otras aplicaciones prácticas.

Puede solicitarse a: J.L. Andreu, Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid. Teléf. 91-562 29 99 (355). Fax 91-564 48 53.

### **Advances in Chromatography. Volumen 35.**

Ed. por P.R. Brown y E. Grushka; Marcel Dekker Inc, N. York (1995).

El volumen consta de ocho capítulos, dedicados en su mayor parte a la electroforesis capilar. El primero, "Optical detectors for capillary electrophoresis", escrito por E.S. Yeung, abarca unas 50 páginas donde se describen, con muy buenos esquemas, los detectores usados hasta ahora en CE: de adsorción (incluyendo células estándar, en Z, esféricas, de irradiación axial, de efecto fototérmico, capilares rectangulares, de reflexión múltiple y de láser), de índice de refracción, de fluorescencia, de quimiluminiscencia; se describen técnicas para la detección como la preparación de derivados o la detección indirecta, y finalmente se pasa a considerar la fluorescencia nativa de ciertas biomoléculas, los ensayos enzimáticos en columna y los inmunoensayos.

El capítulo 2 "Capillary electrophoresis coupled to mass spectrometry", por K.R. Tomer, L.J. Deterding y C.E. Parker, dedica su primera parte a la descripción de la instrumentación: tipos de ionización (FAB y electrospray) tipos de interfases (directa, empalme líquido y coaxiales) y a los acoplamientos indirectos (off-line). Después considera las limitaciones básicas de este acoplamiento (falta de sensibilidad debida a la pequeña cantidad de muestra) y finalmente describe aplicaciones (péptidos, proteínas, nucleósidos y nucleótidos, fármacos, pesticidas y colorantes).

El capítulo 3 "Approaches for the optimization of experimental parameters in capillary zone electrophoresis", por H.J. Issaq, G.M. Janini, K.C. Chan y Z. El-Rassi, dedica sus 5 ó 6 primeras páginas a definir los conceptos teóricos básicos que se van a considerar posteriormente; en el resto de sus 65 páginas se tratan las variables que influyen en la separación: pH y composición del tampón, modificadores, columna, temperatura y voltaje, con el fin de conseguir la optimización deseada.

En el 4, "Crawling out of the chiral pool: the evolution of Pirkle-type chiral stationary phases", C.J. Welch, tras unas amenas consideraciones sobre la quiralidad y la síntesis enantioselectiva, pasa revista a las fases actuales.

Los autores del capítulo 5 "Pharmaceutical analysis by capillary electrophoresis", S.F.Y.Li, C.L.NG. y C.P. Ong, tras una introducción en la que repasan las modalidades de CE usadas en el análisis farmacéutico (CZE, MEKC, Isotacoforesis capilar, etc.), hacen una revisión exhaustiva de sus aplicaciones: vitaminas, antibióticos, antidepresivos, analgésicos, drogas, alcaloides, antifúngicos, antitumorales y un largo etcétera.

El capítulo 6 "Chromatographic characterization of gasoline" está escrito por R.E. Pauls. Comienza por dar un repaso a todas las técnicas cromatográficas utilizadas para el análisis de gasolinas, para centrarse, como es lógico, en GC de alta resolución, mono y multidimensional.

En el 7, "Reversed-phase ion-pair and ion-interaction chromatography", M.C. Gennaro, tras describir los mecanismos de retención, estudia la variación de ésta en función de diferentes factores: fase móvil, fase estacionaria, pH y temperatura, para continuar con aplicaciones métodos de optimización.

Finalmente, V.R. Meyer, es la autora del capítulo 8 "Error sources in the determination of chromatographic peak size ratios", un tema sumamente específico, que se justifica fundamentalmente por el uso que se hace de relaciones de picos para medir excesos enantiomeros en cromatografía quiral. Se analizan minuciosamente todas las posibles fuentes de errores, incluyendo contaminación, diferencias de comportamiento, interconversión, errores de detector, de integrador y resolución incompleta.

\* \* \*

## ARTÍCULOS DE INTERÉS

### Cromatografía multidimensional y técnicas acopladas

*Este campo se ha desarrollado enormemente en los últimos años, y no ha cesado en su crecimiento, que aún nos reserva, sin duda, avances espectaculares. La búsqueda de mayor resolución, de automatización y de información estructural sobre los analitos son los principales factores responsables este desarrollo. El "Journal of Chromatography" (volumen 703, nº 1+2, 1995) se ha hecho eco de esta tendencia dedicándole un volumen especial. En él se recogen, además de artículos específicos, varias revisiones, que por su interés pensamos merece la pena enumerar aquí.*

"Sample dimensionality: a predictor of order-disorder in component peak distribution in multidimensional separation", por J.C. Giddings.

"Principles and applications of unified chromatography", por D. Tong, K.D. Bartle y A.A. Clifford.

"Liquid-chromatography-mass spectrometry: general principles and instrumentation", por W.M.A. Niessen y A.P. Tinke.

"Biomedical and biochemical applications of liquid chromatography-mass spectrometry", por E. Gelpí.

"Column liquid-chromatography-mass spectrometry: selected techniques in environmental applications for polar pesticides and related compounds", por J. Slobodnik, B.L.M. Van Baar y U.A. Th. Brinkman.

"On-line use of NMR detection in separation chemistry", por K. Albert.

"Coupled column reversed-phase liquid chromatography in environmental analysis", por E.A. Hogendoorn y P. van Zoonen.

"Selected procedures for monitoring of polar pesticides and related microcontaminants in aquatic samples", por E.R. Brouwer, S. Kofman y U.A.Th. Brinkman.

"Biospecific detection in liquid chromatography", por J. Emneus y G. Marko-Varga.

"Development of the transfer techniques for on-line highperformance liquid chromatography-capillary gas-chromatography", por K. Grob.

"Trace level analysis of micropollutants in aqueous samples using gas-chromatography-with on-line sample enrichment and large volume injection", por H.G.J. Mol, H.G.M. Janssen y C.A. Cramers.

"Two-dimensional gas chromatography: principles, instrumentation, methods", por G. Schomburg.

"Comprehensive multidimensional gas chromatography", por J.B. Phillips y J. Xu:

"Multispectral detection for gas chromatography", por N. Ragunathan, K.A. Krok, C. Klawun, T.A. Sasaki y C.L. Wilkins.

"Element-specific chromatographic detection by atomic absorption, plasma atomic emission and plasma mass spectrometry", por P.C. Uden.

"Critical review of the analysis of non and mono-ortho-byphenyls", por P. Hess, J. de Boer, W.P. Cofino, P.E.G. Leonard y D.E. Wells.

"Recent developments in supercritical fluid chromatography-mass spectrometry coupling", por P.J. Arpino y P. Haas.

"Applications of supercritical fluid extraction in multidimensional systems", por T. Greibronk.

"Supercritical fluid extraction coupled directly with Fourier transform infrared spectrometry", por L.T. Taylor y S.L. Jordan.

"Supercritical fluid extraction in environmental analysis", por S. Bowadt y S.B. Hawthorne.

"Multidimensionality in planar chromatography", por C.F. Poole y S.K. Poole.

"Planar chromatography coupled with spectroscopic techniques", por G.W. Somsen, W. Morden e I.D. Wilson.

"Capillary electrophoresis-mass spectrometry", por J. Cai y J. Henion.

\* \* \*

# Noticias del GCTA

## REUNION CIENTÍFICA DE 1995

Los días 3 al 6 del pasado mes de abril tuvo lugar en Madrid la Reunión Científica de 1995, en el marco de EXPOANALÍTICA y formando parte de las VII Jornadas de Análisis Instrumental (JAI). Las presentaciones (35 comunicaciones orales y 360 carteles) se repartieron en sesiones dedicadas a: medio ambiente, alimentos, materiales y combustibles, bioanálisis y fármacos, desarrollo instrumental y aplicaciones diversas.

Se impartieron siete conferencias plenarias, cuyos autores y títulos se reseñan a continuación:

A. Bruno, de Ciba-Geigy (Suiza) "Microdetectores en HPLC y EC"; J.G. Grasselli, de la Universidad de Ohio (U.S.A.) "The use of Fourier Transform Infrared and Raman spectroscopies for solving non-routine problems in an industrial laboratory"; T.V. Dihn, de Oak Ridge Lab. (U.S.A.), "Sensores ópticos"; P. Sandra, de la Universidad de Gante (Bélgica), "The role of supercritical fluids in environmental analysis"; L. Gorton, de la Universidad de Lund (Suecia), "Amperometric biosensors based on redox enzymes in carbon paste and graphite epoxy resins"; W.J. Richter, de Ciba-Geigy (Suiza), "Técnicas de EM en la industria farmacéutica", y C. Amatore, de la Ecole Normal Supérieure de París, "Unconventional electrochemistry using ultramicroelectrodes".

Y cinco conferencias por invitación, que impartieron: J.R. Morante, de la Universidad de Barcelona, "Análisis de superficies por XPS"; R. Cela Torrijos, de la Universidad de Santiago de Compostela, "Quimiometría. ¿Una disciplina madura?"; R.D. Schmid, de la Universidad de Stuttgart (Alemania), "Biosensors: Emerging tools in environmental analysis"; J.A.C. Bruekaert, de la Universidad de Dortmund (Alemania), "Plasma spectroscopy with photons and ions"; B. Monrabal, de Polymer Char (Valencia), "CRYSTAF" (Crystallization analysis fractionation). Un nuevo procedimiento para el análisis estructural de polímeros semicristalinos"; P. Quevauviller, del BCR (UE), "Utilización de materiales de referencia para la garantía de calidad de los análisis químicos. Acción del programa Normas, Medidas y Ensayos", y G. Santamaría, del Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC), "La extracción con fluidos supercríticos en la industria de alimentos".

## JUNTA GENERAL DE 1995

Tuvo lugar el día 4 del pasado mes de abril, en Madrid, presidida por Emilio Gelpi, con la asistencia de unos 80 socios. El secretario, Xavier Guardino, indicó que desde la anterior reunión se habían produ-

cido quince altas y doce bajas, por lo que el número actual de socios es de 733. El número de becas de asistencia a la reunión fue de 28. El tesorero, Lluís Comellas, presentó un informe económico satisfactorio, del que se repartió copia a los asistentes. El presidente informó, entre otros, de los siguientes asuntos: 57 trabajos para el volumen del "Journal of Chromatography" dedicado a la reunión anterior, edición de un libro sobre nomenclatura en cromatografía y próximas reuniones en Barcelona (1996, en el marco de EXPOQUIMIA) y Almería (1997, conjuntamente con el 8th Symposium on Handling of Environmental and Biological Samples in Chromatography). A continuación se debatió el tema de las relaciones con la Real Sociedad de Química; se informó de la contestación positiva de 87 socios a la encuesta (que posteriormente ha llegado a 106 síes y dos noes), y, tras un moderado debate, se acordó llevar a cabo nuevas gestiones para resolver el conflicto de la forma más razonable posible.

## PRÓXIMA REUNIÓN

Tendrá lugar a finales de octubre en Barcelona, en el marco de EXPOQUIMIA, e integrada en las VIII Jornadas de Análisis Instrumental (JAI). Los socios del GCTA recibirán la primera circular más adelante.

## NUEVOS SOCIOS

Toro del Valle, Isabel  
Facultad de Química  
Avda. Diagonal, 647  
08028 BARCELONA

Martín Álvarez, Pedro Jesús  
Dpto. Caracterización Alimentos  
Instituto Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Valero Sobrino, Esther  
Instituto Química Orgánica (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Tabera Galván, José Javier  
Dpto. Caracterización Alimentos  
Instituto Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID



Martrat Castellví, M<sup>a</sup> Generosa  
C I D. (CSIC)  
Jordi Girona, 18-26  
08034 BARCELONA

Medina Hernández, M<sup>a</sup> José  
Dpto. Química Analítica  
Fac. Farmacia, Univ. Valencia  
Vicente A. Estellés, s/n  
46100 BURJASSOT (Valencia)

Leal Hernando, M. Carmen  
Dpto. Química Analítica  
Univ. Barcelona  
Avda. Diagonal, 647, 3<sup>o</sup>  
08028 BARCELONA

García-Rodeja Arribi, Federico  
Lab. de Salud Pública  
Montevideo, 9  
27001 LUGO

Lourdes Yurramendi Sarasola  
INASMET  
Camino de Portuetxe, 12  
20009 SAN SEBASTIÁN

Alís Rodríguez, Rosa M<sup>a</sup>  
Dirección Provincial  
Ministerio de Sanidad y Consumo  
Molí Vell, 7  
07071 PALMA DE MALLORCA

Pueyo Pérez, Encarnación  
Dpto. Caracterización Alimentos  
Instituto Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Alcaraz Marcet, Ricard  
Papa Pius XI, 20, 3<sup>o</sup>, 1<sup>a</sup>  
08208 SABADELL (Barcelona)

Serrano Díaz, Roberto  
Instituto Química Orgánica (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Planas i Pastor, Carles  
C.I.D. (CSIC)  
Jordi Girona, 18-26  
08034 BARCELONA

Cortina Massana, M<sup>a</sup> Montserrat  
C I D. (CSIC)  
Jordi Girona, 18-26  
08034 BARCELONA

Miralles Cardiel, Esther  
Dpto. Química Analítica  
Univ. Barcelona  
Avda. Diagonal, 647, 3<sup>o</sup>  
08028 BARCELONA

González Gigosos, Pilar  
Lab. de Salud Pública  
Montevideo, 9  
27001 LUGO

González Casado, Antonio  
Dpto. Química Analítica  
Fac. Ciencias. Univ. Granada  
Fuentenueva, s/n  
18071 GRANADA

\* \* \*

# Informaciones

## CALENDARIO DE ACTIVIDADES

### 8th Symposium on Handling of Environmental and Biological Samples in Chromatography. XXVI Reunión del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA)

Tendrá lugar en Almería, del 25 al 28 de octubre de 1997. El simposio intenta abarcar los nuevos desarrollos y revisar técnicas ya conocidas de manejo y preparación de muestras (tales como extracción líquido-líquido, extracción en fase sólida, SFE). También se incluirán GC, LC, SFC, CE, MS, técnicas acopiadas y automatización. Habrá una sesión especial dedicada al control, normativas y garantía de calidad en el análisis de pesticidas. Los socios del GCTA recibirán más adelante información sobre ambas reuniones.

\* \* \*

### 8th International Symposium on Chiral discrimination

Tendrá lugar en Edimburgo, de 30 de junio al 3 de julio de 1996. Pretende ser un foro internacional para el intercambio de ideas, información y avances recientes sobre todos los aspectos de la quiralidad. Es interdisciplinar y por tanto incluye química orgánica y analítica, bioquímica, farmacología, biología y medicina. Constará de conferencias plenarias, comunicaciones orales, carteles, sesiones de trabajo y exposición comercial. Los temas a cubrir incluyen, entre otros:

- Aspectos fundamentales del reconocimiento molecular.
- Nuevos desarrollos en síntesis asimétrica.
- Catálisis estereoselectiva.
- Métodos enzimáticos.
- Sistemas quiroópticos.
- Avances en separaciones de enantiómeros por GC, LC, CE y SFC.
- Farmacocinética y farmacodinamia quirales.
- Aspectos ambientales que impliquen estereoquímica.
- Aspectos quirales en alimentos y bebidas.
- Aspectos estereoquímicos en geoquímica.

Los trabajos presentados se publicarán, tras su revisión en la revista "Chirality". Para recibir la segunda circular, escribir a:

ISCD Conference Secretariat  
c/o Meeting Makers Ltd  
50 Georges Street  
Glasgow G1 1QE  
Reino Unido  
Fax: -44-0141 552 0511

\* \* \*

### 7th International Symposium on supercritical fluid chromatography and extraction

Tendrá lugar en Indianápolis (Indiana, USA), del 31 de marzo al 3 de abril de 1996, con el objetivo de intercambiar información sobre técnicas, teoría y aplicaciones de la cromatografía, extracción y fraccionamiento con fluidos supercríticos. Constará de conferencias, comunicaciones en forma de carteles, sesiones de discusión y exposición de instrumentos.

Existen **becas de viaje** para estudiantes que deseen presentar un cartel. Las solicitudes deben dirigirse al Symposium Manager, incluyendo una carta de su director de tesis y un resumen del trabajo en dos páginas, antes del 15/12/95.

La **presentación de comunicaciones** se hará en forma de carteles, que se discutirán en sesiones especiales. Los resúmenes, de dos páginas, deberán enviarse antes del 29 de enero de 1996.

Toda la correspondencia debe dirigirse a:

Mrs. Janet Cunningham  
SFC/SFE'96 Symposium Manager  
c/o Barr Enterprises  
10120 Kelly Road, Box 279  
Balkersville, MD 21793, USA  
Fax: -1-301 898 5596.

\* \* \*

### 5th International Symposium on hyphenated techniques in Chromatography (HTC-4)

Tendrá lugar en Brujas (Bélgica), de 6 al 9 de febrero de 1996, cubrirá los aspectos fundamentales, desarrollo instrumental y aplicaciones de las técnicas acopladas (GC o LC a LC; GC a SFC o SFE; MS, FTIR AED y otras a GC; P&T, extracción y GPC a GC o LC; ITP-MS, etc.).

Los resúmenes deberán presentarse antes del 30 de junio, aunque se aceptarán carteles de "última hora" (las-minute) hasta el 30 de diciembre de 1995. Los trabajos se publicarán en el Journal of Chromatography.

Habrá cursillos los días 5 y 6 de febrero, sobre los siguientes temas:

- "Large volume injection" (Workshop nº 1).
- "Pre-and post-column techniques in HPLC for improved analyte isolation, derivatization, cleanup, separation and detection" (Workshop nº 2).
- "Isotopically labeled compounds in hyphenated techniques" (Wksp nº 3).
- "Analytical tools for GC-MS (Advanced modes of ion-trap mass spectrometry)" (Wksp nº 4).
- "Biomedical application of GC-MS" (Wksp nº 5).

Para obtener más detalles, escribir a:

Dr. R. Sits, BASF Antwerpen N.V., Centraal Laboratorium, Haven 725, Scheldelaan 600, B-2040 Antwerpen, Bélgica. Fax: 32-3-235 33 23

\* \* \*

**13th International Symposium on Biomedical applications of chromatography and electrophoresis and 3rd International Symposium on the Applications of HPLC in enzyme chemist y**

Tendrá lugar en Praga, del 4 al 7 de septiembre de 1995. Para más información, escribir a:

Prof. Z. Deyl, Institute of Physiology, Videnská 1083, CZ-14220 Prague 4, República Checa. Fax: -42-2-471 95 17.

\* \* \*

**5th Symposium on Chemistry and fate of modern pesticides**

Tendrá lugar en París, del 6 al 8 de septiembre de 1995. Para más información, escribir a:

IEAC Secretariat Mrs. M. Frei-Hausler, Postfach 46, CH-4123 Allschwil 2, Suiza. Fax: -41-61-482 08 05.

\* \* \*

**18th International Symposium on capillary chromatography**

Tendrá lugar en Riva del Garda (Italia) del 20 al 24 de mayo de 1996.

Para más información, escribir a:

Prof. P. Sandra, IOPMS, Kennedypark 20, B-8500 Kortrijk, Belgium. Fax: -32-56-20 48 59.

\* \* \*

**HPLC 96 and related techniques: 20th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations**

Tendrá lugar en San Francisco, del 16 al 21 de junio de 1996. Para más información, escribir a:

Janet Cunningham, c/o Barr Enterprises, 10120 Kelly Road, Box 279, Balkersville, MD 21793, USA. Fax: -1-301 898 5596.

## CURSOS

**Validation d'une procedure d'analyse. Quantification de l'appareillage. Application a la chromatographie liquide**

Tendrá lugar del 4 al 8 de diciembre de 1995, en la Facultad de Farmacia de Montpellier, financiado por el programa Comett, de la U.E. Está dirigido a jefes y técnicos superiores de laboratorios de control o de desarrollo de empresas farmacéuticas, químicas o agroalimentarias. Su objetivo es impartir los conocimientos necesarios para la validación de un procedimiento analítico. El curso consta de doce horas de teoría y veinte de prácticas y demostraciones, con el siguiente temario:

- Calidad y validación.
- Criterios de validación.
- Test de conformidad del sistema cromatográfico.
- Test de especificidad: verificación de la pureza de picos cromatográficos.
- Métodos estadísticos aplicados al estudio de diferentes criterios de validación y a la comparación de métodos y equipos.
- Aplicación a fórmulas farmacéuticas y a medios biológicos.
- Test de calificación del equipo en LC.
- Presentación y demostración de programas de validación (Merck, Qualilab, Unicam, Waters) y de estadística.

Para más información, escribir a:

Universite Montpellier I  
Mission Formation Continue  
5, Boulevard Henri IV  
BP 1017  
34006 Montpellier Cedex 1  
France

# Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines

## Real Sociedad Española de Química

### **JUNTA DIRECTIVA**

**Presidente:**

D. Emilio Gelpí Monteys

**Vicepresidentes:**

Dña. María Teresa Galcerán Huguet

Dña. María José González Carlos

**Secretario:**

D. Xavier Guardino Solá

**Tesorero:**

D. Lluís Comellas Riera

**Vocales:**

D. José Carlos Díez-Masa

Dña. Carmen Dorronsoro Urrutia

D. Joan Grimalt Obrador

D. Jordi Mañes Vinuesa

Dña. María Luisa Marina Alegre

D. Guillermo Reglero Rada

D. Amadeo Rodríguez Fernández-Alba

D. Joan Solé Ribalta

D. Enrique Torija Isasa

# Empresas colaboradoras

## PROTECTORAS

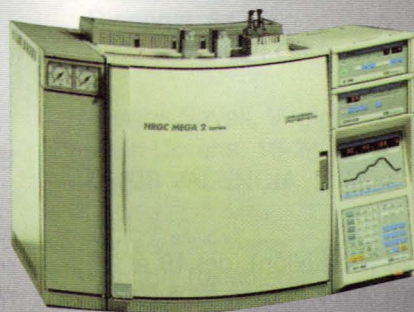
- FISONS INSTRUMENTS ESPAÑA  
Avda. de la Industria, 32, 3º  
Políg. Ind. de Alcobendas  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
  - HEWLETT-PACKARD  
ESPAÑOLA, S.A.  
Ctra. N-VI, km 16,500  
28230 LAS ROZAS (Madrid)
  - PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.  
General Vives, 25-27  
08017 BARCELONA
- 

## ASOCIADAS

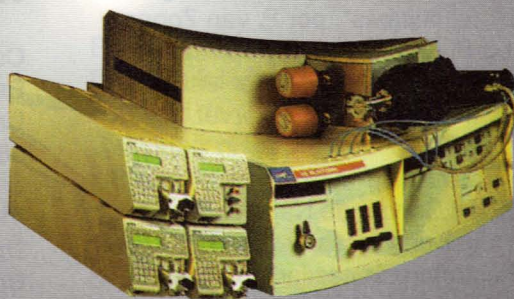
- GIRALT, S.A.  
Capitán Haya, 58  
28020 MADRID
- GOMENSORO, S.A.  
Aguacate, 15  
28044 MADRID
- IZASA, S.A.  
Aragoneses, 13  
Polígono Industrial Alcobendas  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- KONTRON, S.A.  
Salvatierra, 4  
28034 MADRID
- INGENIERÍA ANALITICA, S.L.  
Ctra. Cerdanyola, 65-67  
08190 SANT 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 IBÉRICA, S.A.  
Avda. Llano Castellano, 13  
28034 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DEL OXIGENO  
Paseo de Recoletos, 18-20  
28001 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE  
CARBUROS METALICOS  
Plaza de Cronos, 5  
28037 MADRID
- SUGELABOR  
Sicilia, 36  
28038 MADRID
- TEKNOKROMA  
Ctra. Cerdanyola, 71, 2º  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS  
(Barcelona)
- VARIAN-IBÉRICA, S.L.  
Avda. Pedro Díez, 25, 3º  
28019 MADRID
- WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.  
Entenza, 24  
08015 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 Cuadrupolo 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



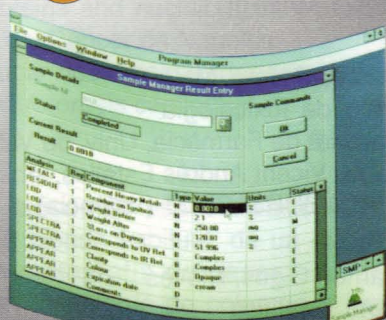
LC/MS Platform

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

**FISONNS**  
Instruments

# Sistema GC/MS/MS de sobremesa: revolucionario desarrollo de la tecnología de trampa de iones

*Miguel Ángel Pérez*

Doctor en Ciencias Químicas y director del Departamento de Cromatografía de Varian Ibérica

## Introducción

Los avances experimentados durante los últimos años en el desarrollo tecnológico de los sistemas GC/MS basados en trampa de iones han sido espectaculares. La aparición el año pasado de primer sistema GC/MS/MS de sobremesa<sup>1</sup> ha revolucionado la capacidad analítica de muchos laboratorios, tanto de investigación como de aquellos dedicados a análisis de rutina.

En efecto, ahora se puede acceder fácilmente a un sistema MS/MS a un bajo coste y sin los inconvenientes de necesitar personal altamente especializado o un mantenimiento intensivo de la instrumentación.

Básicamente, el proceso para la obtención de un espectro MS/MS de un ión precursor es el siguiente: 1) ionización del compuesto de interés; 2) aislamiento del ión precursor elegido, y 3) fragmentación del ión precursor.

La técnica MS/MS aporta una serie de importantes ventajas en el análisis de muestras complejas, entre las que pueden destacar:

- a) Considerable aumento de la sensibilidad en el análisis de trazas o ultranzas.
- b) Incremento de la selectividad.
- c) Elucidación de estructuras de compuestos desconocidos mediante seguimiento de sus diferentes vías de fragmentación.

Hasta ahora, uno de los sistemas más populares para realizar análisis MS/MS es el basado en una configuración con un triple cuadrupolo.

En el presente artículo se hace una descripción de la técnica MS/MS, el funcionamiento del sistema MS/MS basado en trampa de iones, y las ventajas que presenta respecto al triple cuadrupolo. Finalmente, se aborda una aplicación práctica: el análisis de trazas de pesticidas en extractos vegetales.

## Descripción de la técnica

Antes de estudiar en detalle la técnica MS/MS con trampa de iones, resulta conveniente describir cómo se realiza el proceso MS/MS en sistemas que no presentan la tecnología de trampa de iones. Aunque existan diferentes sistemas con configuraciones que pueden realizar experimentos MS/MS, vamos a considerar el ejemplo del triple cuadrupolo.

En un triple cuadrupolo, los iones se forman en la fuente y son introducidos en el primer cuadrupolo, que está sintonizado para permitir el paso de un solo

ión precursor a través del campo del cuadrupolo (ver fig. 1). Este ion aislado pasa a través del segundo cuadrupolo, que normalmente se utiliza como cámara de colisión. En este segundo cuadrupolo, que suele estar relleno de argón, los iones colisionan con los átomos de argón y se fragmentan en iones más pequeños. A este proceso se le denomina Disociación por Colisión Inducida (CID). Los iones resultantes pasan al tercer cuadrupolo donde son separados en un espectro de masas. Estos espectrómetros de tres cuadrupolos son los que han permitido el desarrollo de la tecnología MS/MS. Sin embargo, se trata de complejos sistemas (difíciles de manejar en rutina), que resultan muy costosos y que precisan de gran espacio en el laboratorio.

Por ello se ha desarrollado la solución de la trampa de iones<sup>2</sup> donde los pasos descritos para el análisis en un cuadrupolo son los mismos, pero se producen secuencialmente en el tiempo en una sola trampa de iones (ver fig. 2). En un primer paso los iones resultantes del proceso de ionización (EI o CI) son almacenados mediante un campo de radiofrecuencia desde el electrodo central y un campo suplementario "Wave-Board" aplicado desde los electrodos axiales. Esta combinación permite que sólo un pequeño rango de iones, entre los que se encuentra el ion elegido, sean almacenados durante la ionización. El ion precursor se aísla del resto a través de ajustes automáticos en el campo de los electrodos centrales y los axiales.

El resultado de este proceso de aislamiento es similar al de la primera etapa de un cuadrupolo. El ion aislado es entonces energizado a través de un segundo campo producido desde los electrodos axiales.

La alta velocidad que se produce, así como la energía cinética alcanzada, hacen colisionar a los iones con el gas helio que los rodea, y la reacción que se produce es similar a la segunda etapa del sistema de cuadrupolos (CID). Después de que se han producido y almacenados los iones suficientes, se realiza un barrido de campo de radiofrecuencia (RF), los iones producidos se expulsan de la trampa en orden creciente de su relación  $m/z$ , y se obtiene el espectro MS/MS. Esta parte del proceso es análoga a la tercera etapa del triple cuadrupolo.

Con el sistema de trampa de iones se consiguen tres grandes ventajas: la más evidente es que una sola trampa de iones hace el trabajo de tres cuadru-



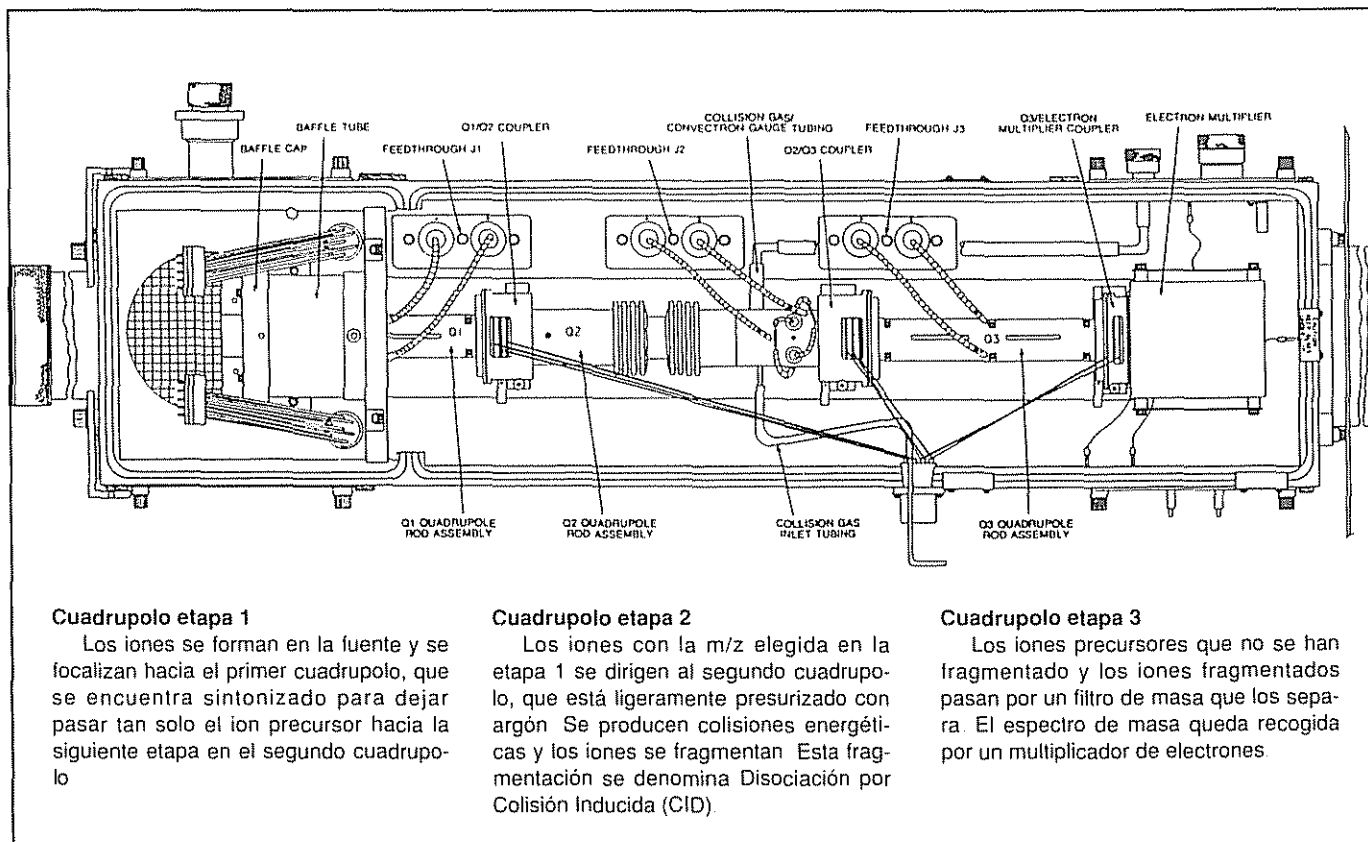


Fig. 1. Esquema de un espectrómetro de masas de triple cuadrupolo y etapas para realizar un experimento MS/MS

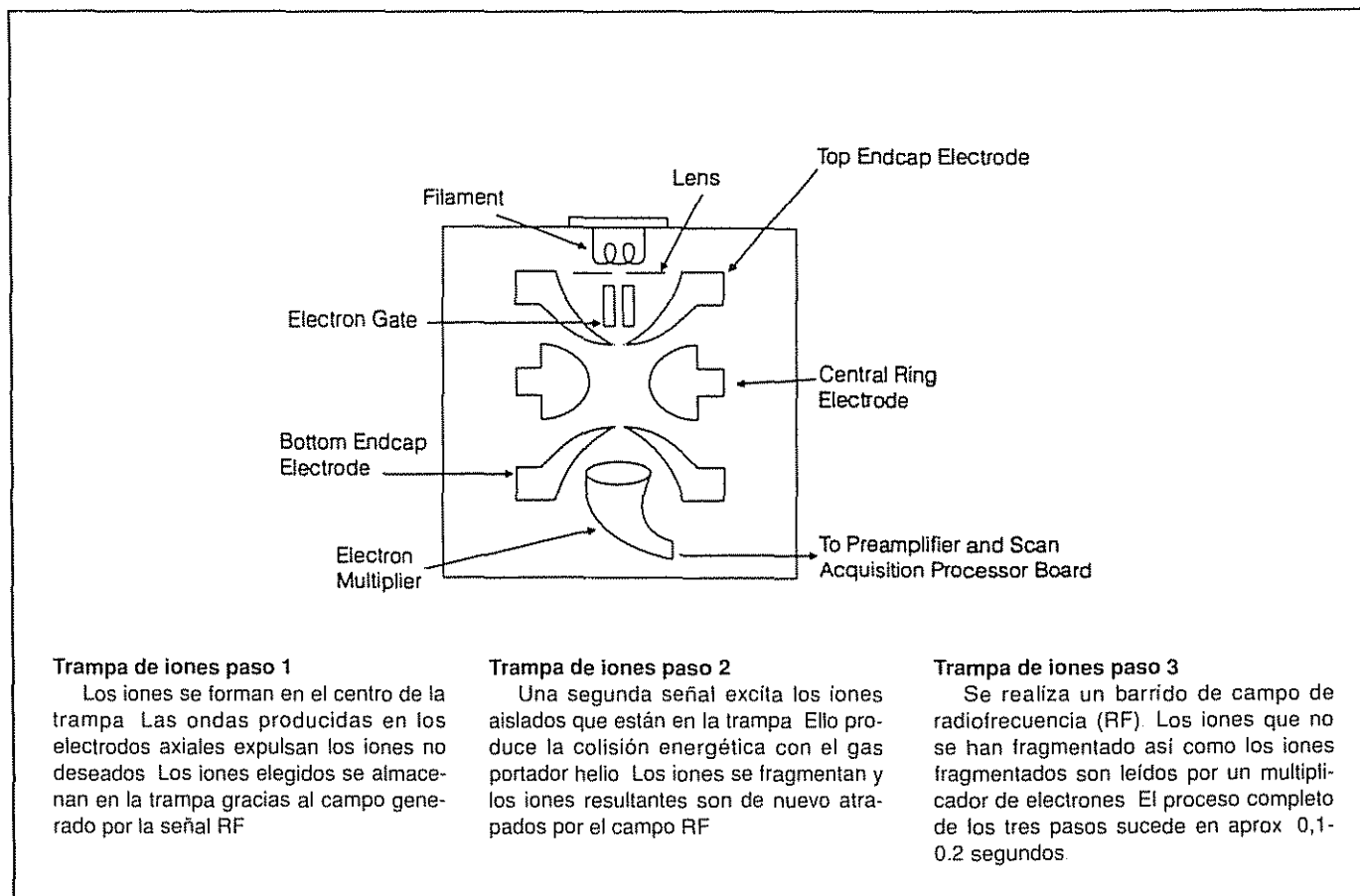


Fig. 2. Esquema de un espectrómetro de masas de trampa de iones y pasos para obtención de un espectro MS/MS

polos (con sus respectivos sistemas de vacío), con el consiguiente ahorro de costes; la segunda ventaja es la del espacio necesario en el laboratorio (el espectrómetro de sobremesa GC/MS es mucho más reducido que el tradicional sistema de cuadrupolo, así como mucho más sencillo de manejar –el proceso MS/MS ha sido simplificado de tal manera que, con sólo optimizar una variable, la amplitud RF durante CID, puede optimizarse todo el método–); la tercera ventaja se refiere a la sensibilidad, ya que mientras que en el triple cuadrupolo se produce pérdida de iones por el mismo hecho de que hay que transferirlos de un cuadrupolo a otro, con la trampa de iones

se obtiene una mayor sensibilidad, ya que los iones de interés se producen, almacenan y analizan en una única trampa.

Para entender mejor el proceso MS/MS, éste se podría explicar de la siguiente manera. Existen dos lugares donde se aplican las frecuencias: el electrodo central y los electrodos axiales. En la fig. 3 pueden observarse la acción del electrodo central (bajo la denominación RF). Las ondas aplicadas a los electrodos son denominadas WF1, WF2, WF3 y modulación axial. Todo este proceso tiene lugar en aproximadamente 0,2 segundos.

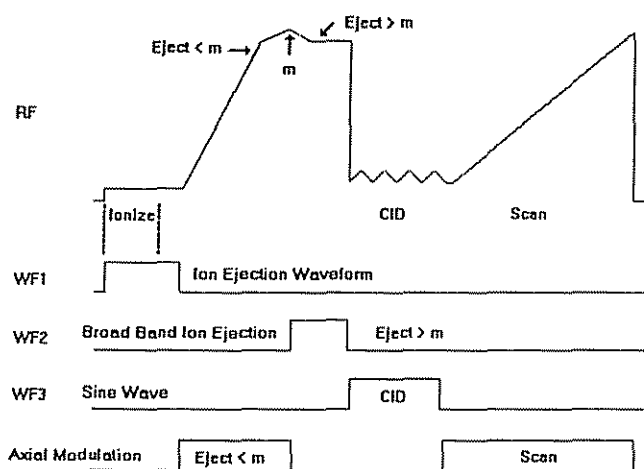


Fig. 3. Función de scan MS/MS en espectrómetro de trampa de iones.

En el paso 1, la muestra es eluida desde la columna capilar y se ioniza. En ese instante la onda WF1 se aplica a los electrodos axiales. Las ondas RF del electrodo central se sitúan en voltaje inicial para atrapar los iones que se producen. La onda WF1 se utiliza para expulsar los iones que no son de interés. De esta manera se maximiza la capacidad de almacenar iones precursores. Se trata de eliminar los iones no necesarios de forma genérica.

En el paso 2, la señal WF1 se apaga y se aplica la modulación axial sobre los electrodos axiales. Comienza a incrementarse el voltaje RF sobre el electrodo central lo que provoca que los iones se introduzcan en el multiplicador de forma consecutiva: desde baja  $m/z$  a alta  $m/z$ . El voltaje se ralentiza a medida que se acerca al rango del ion precursor, para que en ningún caso pueda salirse el ion fuera de la trampa. Se consigue así un aislamiento muy preciso del ion.

En el paso 3, la onda de banda ancha WF3 se aplica sobre los electrodos axiales, mientras que la amplitud de RF en el electrodo central va disminuyen-

do hasta mantenerse constante. El descenso inicial de RF se efectúa para estabilizar el ion precursor en la trampa. Ello ayuda a asegurar que el ion no se ha perdido durante el proceso de aislamiento. El resultado de la combinación de estos tres pasos es que la trampa se haya llena de iones precursores y no de otros iones no deseados. Así se consigue una máxima sensibilidad y selectividad.

El paso 4 es el proceso CID (Disociación por Colisión Inducida). La señal WF3 se aplica sobre los electrodos axiales mientras que el electrodo central dispone de RF con el nivel de voltaje para atrapar iones. La señal WF3 se emplea para energizar los iones justo por debajo de su nivel de energía de disociación. Los iones altamente energizados colisionan con el gas portador (helio) y se fragmentan en iones de menor tamaño. El campo RF atrapa estos fragmentos de iones en su trampa.

En el paso 5, los iones se analizan y se consigue un espectro MS/MS. Como en el paso 2, el voltaje de RF se incrementa para expulsar los iones fuera de la trampa y contar así los iones. La velocidad de barrido

alcanza 5 600 daltons por segundo desde la masa baja hasta la masa alta. El voltaje de modulación axial se aplica sobre los electrodos axiales para asegurar la necesaria resolución de masa. Al finalizar este paso no quedará ningún ion en la trampa. El espectro de masa se almacena en un fichero y el proceso se repite hasta que todo el análisis queda completado.

## APLICACIÓN PRÁCTICA

### Análisis de trazas de pesticidas en extractos vegetales

Como hemos comentado anteriormente, una importante ventaja que ofrece la técnica MS/MS es la magnífica selectividad y sensibilidad que alcanza para todas aquellas determinaciones que implican el análisis de matrices complejas. Un ejemplo típico de

este tipo de problema analítico es la determinación de residuos de pesticidas en alimentos<sup>3</sup>. La ventaja de MS/MS en este tipo de análisis es la reducción de las interferencias provenientes de la matriz y, consecuentemente, la obtención de unos mejores límites de detección.

Para este trabajo se ha elegido un extracto de cebolla, precisamente porque origina un gran número de picos de interferencia cuando se analiza con detectores de captura de electrones (ECD) o nitrógeno/fósforo (TSD), y por lo tanto, sin una identificación espectral se pueden dar resultados con falsos positivos.

En la figura 4A se muestra un espectro de masas por impacto electrónico (EI) del pesticida Alacloro. Para obtener el espectro MS/MS se elige el ion  $m/z$  188 como ion precursor, cuyo espectro se puede apreciar en la figura 4B

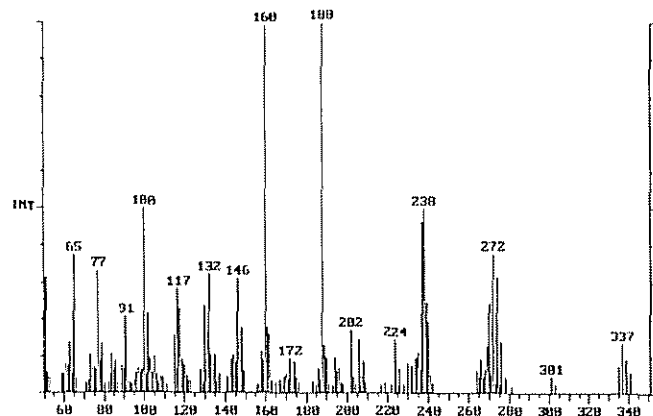


Fig. 4A. Espectro GC/MS del alacloro

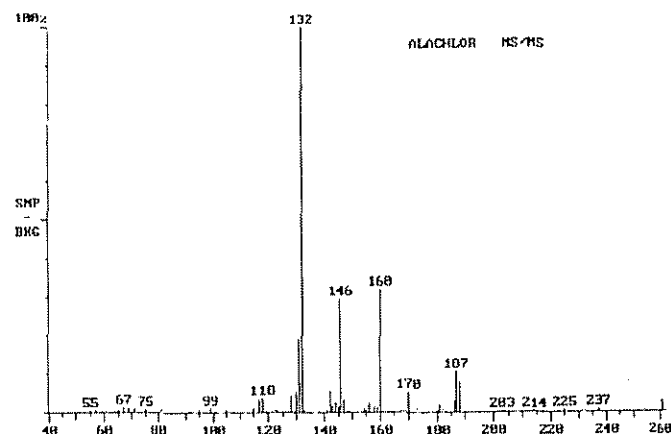


Fig. 4B. Espectro GC/MS del ion  $m/z$  188

En las figuras 5 y 6 se puede apreciar la importante reducción de señal de fondo en esa determinación

del alacloro y atrazina, cuando su análisis se realiza mediante GC/MS/MS, en comparación con GC/MS.

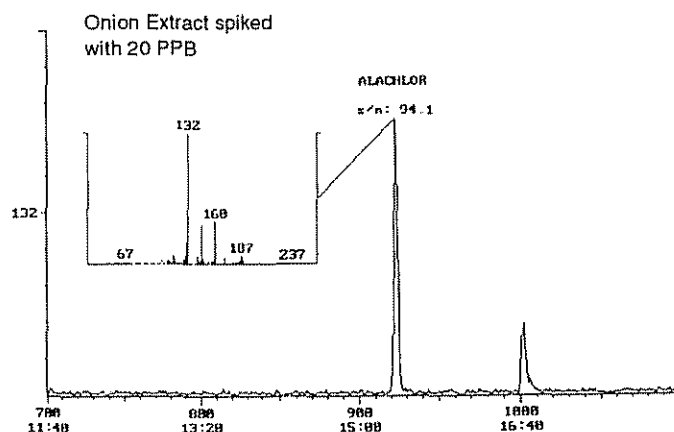
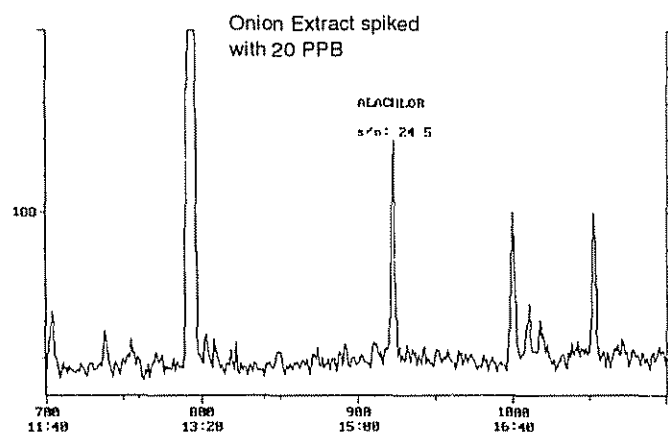


Fig. 5. Cromatogramas del alacloro en extracto de cebolla mediante GC/MS (izquierda) y GC/MS/MS (derecha) utilizando el ion  $m/z$  188 como ion precursor (Extracto de cebolla con 20 ppb añadidos).

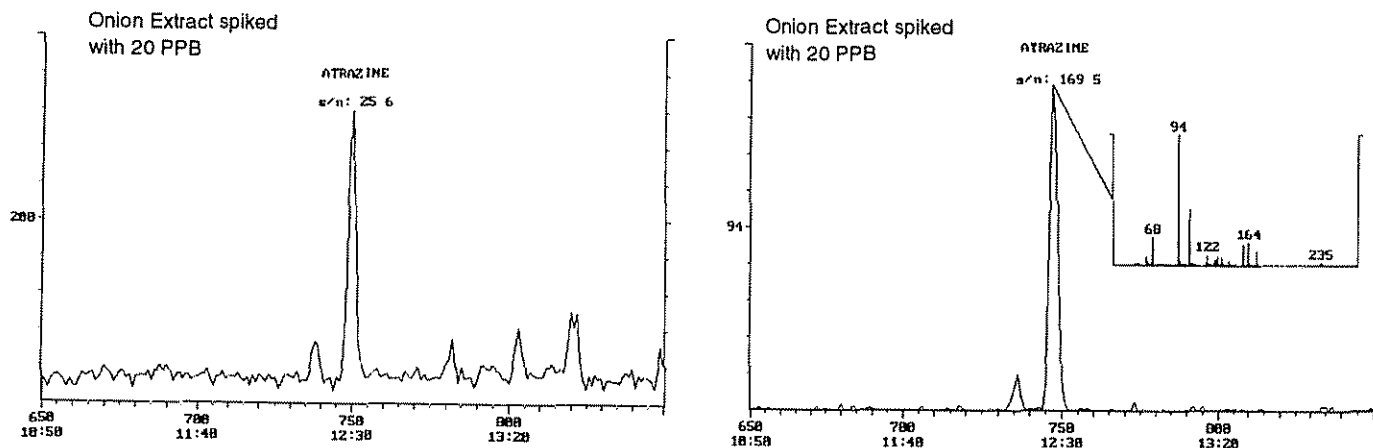


Fig. 6. Cromatogramas de la atrazina en extracto de cebolla mediante GC/MS (izquierda) y GC/MS (derecha) utilizando el ion m/z 200 como ion precursor. (Extracto de cebolla con 20 ppb añadidos).

### Preparación de la muestra

Una cebolla fue troceada y disuelta con cloruro de metileno, para extraer todo el material soluble y cualquier pesticida que pudiera estar presente.

La concentración del extracto fue de 50 mg de material soluble por microlitro de cloruro de metileno. Al extracto se le añadieron diferentes pesticidas para obtener el espectro y la relación señal/ruido, tanto por GC/MS como GC/MS/MS.

La concentración de pesticidas añadidos fue de 1ng/uL, lo que es equivalente a 20 ppb en la cebolla. Se inyectaron 2uL de la muestra utilizando una relación de "split" de 25:1.

### Condiciones experimentales

#### Cromatógrafo de gases:

- Columna: DBS-MS, 30 m x 0,25 mm
- Flujo Gas portador: 1 mL/min.
- Temperatura de columna: 125 °C (0 min.), 5 °C/min, 305 °C (15 min.)
- Temperatura de inyector: 275 °C.
- Temperatura línea de transferencia: 280 °C.
- Modo de Inyección: "Split".
- Relación de "Split": 25:1.
- Volumen inyectado: 2uL.
- Velocidad de Inyección: 10uL/sg.

#### Detector de masas:

	MS	MS/MS
Rango de masas	125-450	50-250
Filamentos	50	80
RF	725	300
Temperatura	220 °C	220 °C
Amplitud	—	36 V
Tiempo	—	25 ms

En conclusión, estos resultados demuestran que mediante la técnica GC/MS/MS se pueden cuantificar e identificar cualquier tipo de compuestos a niveles de ultratrazas, incluso en matrices muy complejas.

Al contrario de lo que ocurre con otras técnicas, en GC/MS/MS el efecto de las interferencias de la matriz es mínimo, permitiendo la identificación y cuantificación de compuestos a niveles de subppb. La reducción de las interferencias de matriz evita la interpretación subjetiva de los resultados, ya que la señal de fondo de las interferencias es eliminada del espectro.

#### Referencias

1. Saturn 4D, Varian Chromatography Systems, Walnut Creek, CA (USA).
2. Carl Feigel, Varian App. MS 27/94
3. Carl Feigel, Varian App. MS 28/94

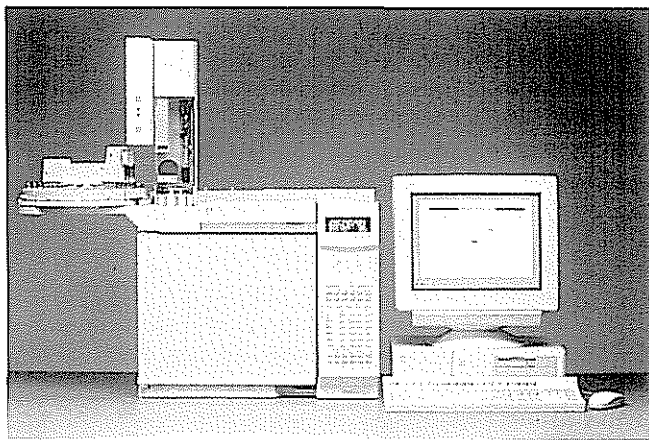
# Novedades técnicas



## HEWLETT-PACKARD PRESENTA EL SISTEMA GC HP 6890, UN NUEVO MODELO EN CROMATOGRAFÍA DE GASES DE ALTO RENDIMIENTO

Hewlett-Packard, S.A. presenta un sistema de cromatografía de gases (GC) que proporciona a los cromatografistas un nuevo nivel de rendimiento y control, facilitando, además, el cumplimiento de la normativa de calidad vigente. El nuevo sistema de GC, el HP 6890, ofrece una serie de prestaciones encaminadas a satisfacer las necesidades de un gran número de analistas. Incluye también un nuevo inyector automático de líquidos para mayor automatismo y rendimiento, y la posibilidad de elegir entre una ChemStation para el control del GC y del inyector o un integrador que soporta completamente las prestaciones del GC.

El sistema constituye la base de la cromatografía de gases de alto rendimiento HP de la próxima generación. Ha sido diseñado para ofrecer un rendimiento óptimo si se le acopla a otros instrumentos de preparación e introducción de muestra y tratamiento de datos. La transición al nuevo GC HP 6890 para los usuarios de los GC HP 5890 es realmente fácil, gracias a la compatibilidad de métodos.



### El control electrónico de la neumática (EPC) mejora el rendimiento cromatográfico

El GC HP 6890 incorpora control electrónico de la neumática, no sólo de las presiones de los gases sino también de los flujos. Unos sensores compensan automáticamente los cambios de temperatura ambiente y las diferencias de presión barométrica para lograr unos resultados más exactos y reproducibles. Al proporcionar resultados estables, el EPC reduce la frecuencia de la recalibración y mejora la productividad del laboratorio. Disminuye también los costes de operación del sistema gracias al ahorro de gases y de una puesta en marcha más rápida y reduce el tiempo de equilibrado tras el cambio de los parámetros.

El control electrónico de la neumática (EPC) del GC HP 6890 optimiza el rendimiento del inyector split/splitless (con/sin división). En modo splitless, el control se hace por presión (forward pressure), lo que reduce significativamente el riesgo de perder muestra y potencia al máximo la exactitud y la reproducibilidad. Por otro lado, en modo split el control se hace por presión de retroceso (back pressure). El resultado es que las condiciones de introducción de la muestra son optimizadas de forma individual en las dos técnicas de inyección más populares. Además, todos los parámetros de inyección se archivan en el método.

El diseño del nuevo GC le hace muy fácil de manejar y proporciona a los cromatografistas la posibilidad de lograr resultados exactos, reproducibles, entre análisis y entre usuarios.

### Una amplia gama de prestaciones para una productividad sin precedentes

El GC HP 6890 ofrece también una amplia gama de prestaciones en cuanto a automatización para aumentar la productividad del laboratorio, optimizar el tiempo de funcionamiento del sistema y reducir el coste de mantenimiento.

Los diagnósticos que lleva incorporados, tales como un registro de análisis para información sobre su estado, los componentes neumáticos modulares, los inyectores y los detectores, reducen el mantenimiento del sistema y mejoran el tiempo de funcionamiento.

La tecnología de válvulas para muestreo de gases del HP 6890, junto con la posibilidad de muestreo a intervalos programados, hacen que la automatización sea una realidad. El GC puede controlar la posición de las válvulas multiposicionales para automatizar la selección de la corriente de muestra. Cada muestra puede, pues, ser analizada por un método diferente. El análisis automático de múltiples corrientes de muestra resulta especialmente atractivo y económico cuando se trabaja con productos químicos y petroquímicos complejos, en los que las materias primas precisan ser confirmadas a intervalos regulares.

Otro componente del sistema, el nuevo inyector automático de líquidos, posibilita operaciones más rápidas y mejora el manejo de los viales, aumentando su rendimiento. El inyector automático de líquidos HO puede ser controlado a través del teclado del GC o de la ChemStation HP.

Entre las prestaciones de la nueva ChemStation podemos señalar un paquete para emisión de informes estándar y un diseñador de informes según las necesidades del usuario para quienes tengan necesidades especiales en cuanto a formatos. Opcionalmente, existe también un paquete con una base de datos conteniendo informes estándar de muestras cruzadas y de estudio, así como análisis de tendencia. La ChemStation HP mejora también la transferencia de datos a otro software y su conexión en red actúa como puerta de entrada del analista al sistema informático general de su compañía.

El nuevo integrador ofrece compatibilidad y soporte total de las prestaciones del GC HP 6890, e incluye un modo de operación de ahorro de gases, control de válvulas split y programación post-análisis. Tiene además capacidad de memoria para el almacenamiento de datos a largo plazo e imprime el registro de desviación del análisis tras cada uno de ellos.

### **El control electrónico de la neumática (EPC) y la Chemstation HP facilitan el cumplimiento de las GLP y otras normativas**

Gracias al control electrónico de la neumática del GC HP 6890, todos los parámetros, incluyendo el control de los gases, se registran automáticamente durante cada análisis para un mejor cumplimiento de las GLP y otras normativas. Un registro almacena todos los cambios producidos en los parámetros ocurridos durante un análisis.

Además, el acceso a la ChemStation HP es mediante código, para evitar pérdida de datos accidentales y cambios en los métodos. La ChemStation HP controla y monitoriza todos los parámetros del GC y mantiene un registro de todo lo sucedido mientras el sistema GC está funcionando. El programa de adecuación del sistema (System Suitability) permite a los analistas seleccionar sus parámetros de entre una gran variedad para controlar y verificar el rendimiento del sistema.

Para aquellos analistas que trabajan en la industria farmacéutica u otras industrias sujetas a normativas, los datos y los métodos son almacenados junto con un archivo binario, sólo de lectura, para seguirlos de cerca. El software de la ChemStation HP ha sido desarrollado de acuerdo con los requerimientos ISO y va acompañado de un certificado de validación. HP proporciona además las herramientas que permiten a los analistas revalidar el software y el GC.

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.

## **PERKIN-ELMER**

Perkin Elmer se complace en anunciar el nuevo cromatógrafo de gases Autosystem XL. Con la incorporación de este nuevo cromatógrafo, se fortalece y se mejora aún más, la línea de cromatógrafos AutoSystem.

Fabricado sobre la misma plataforma del AutoSystem, el cromatógrafo Autosystem XL representa una nueva generación de cromatógrafos, dando un paso más para situarse sin parangón en la cabecera cromatográfica, fruto de sus especificaciones y el gran incremento de productividad.

El Autosystem XL incorpora los últimos desarrollos en electrónica, una innovativa neumática y accesorios cromatográficos. Las innovaciones han sido añadidas el ya probado hardware del AutoSystem, incluyendo el automuestreador, inyectores y detectores.

El Autosystem XL, con el mismo teclado del equipo o externamente vía Turbochrom se permite obtener documentalmente, para el fiel cumplimiento de las normas GLP, todas las funciones de la neumática y de los inyectores con temperatura programable. La documentación incluye todos los parámetros del sistema cromatográfico e informe de validación del cromatograma, que nos son facilitados mediante el software Suitability Test.

Fieles a la continuidad de la imagen de los productos Perkin Elmer, la apariencia exterior del Autosystem XL es similar a la de AutoSystem. La principal diferencia exterior es la ausencia de mandos para el control neumático.

Los módulos neumáticos disponibles incluyen los elementos convencionales de presión constante y flujo constante, utilizados en el AutoSystem. Además el Autosystem XL con un rango completo de módulos PPC (Programmable Pneumatic Control) controla hasta 2 zonas de gas portador, 2 zonas de split, 4 zonas auxiliares y 4 gases del detector. Cada inyector y cada detector puede incorporar el PPC. El control de gas portador se efectúa en modos seleccionables por software: programación de presión, programación de flujo, flujo constante, modo de velocidad lineal programada y modo de compensación de vacío, especialmente indicado para el uso con espectrómetros de masas.

El PPC incrementa la rapidez y calidad de los análisis cromatográficos, ya que el flujo de gas portador se mantiene en un valor óptimo durante todo el análisis. El equipo realiza una comprobación de fugas antes de cada análisis y una comprobación de encendido de llama asegurando, que no se pierde una inyección en caso de un posible fallo.

Utilizando los eventos de tiempo en combinación con el PPC, se reduce el flujo de split después de la inyección, optimizando el coste de gas por análisis. Además un modo de espera (built-in sleep mode), sitúa el instrumento en un método predefinido para ahorrar gases y coste de operación.

Los sensores de temperatura y presión que lleva instalados, aseguran que las variaciones de temperatura ambiente y presión atmosférica, se compensan manteniendo perfectamente el control de gas. Esto asegura la máxima reproducibilidad bajo todas las circunstancias y permite una completa portabilidad de métodos de usuario a usuario, de instrumento a instrumento y de laboratorio a laboratorio, independientemente en qué lugar del mundo se haya desarrollado la metodología analítica.

El accesorio PreVent™ exclusivo de Perkin Elmer incluye el inyector PSS (Programable Split/Splitless) y necesita la opción PPC. El PreVent se usa en 3 modos diferentes y abre grandes posibilidades al analista en cuanto a productividad y funcionamiento óptimo.

El PreVent en el modo Time-Saver, permite al usuario prevenir, de forma selectiva, componentes no deseados como analitos de alto punto de ebullición o residuos no deseables a la columna o al detector. Con esto, en definitiva, lo que se consigue es una reducción de tiempos de análisis y mejoras en cuanto a estabilidad.

#### **El PreVent Time-Saver es una herramienta de productividad**

El PreVent en el modo de PreVent Enhance Solvent Purge, permite la inyección de grandes volúmenes de muestra realizando preconcentraciones on-line lo que lleva a la consecución de sensibilidades jamás sospechadas en un cromatógrafo. La saturación o inundación de la columna con disolventes queda eliminada, ya que el disolvente no pasa a la columna ni al detector. Esto permite la utilización de disolventes, como cloruro de metileno, operando con el detector de captura de electrones, escenario cromatográfico hasta ahora totalmente prohibido.

#### **El PreVent Solvent Purge es una herramienta de altas prestaciones**

El PreVent en el modo Isolation permite el cambio de septum o de "glass liner" sin interrumpir el gas portador a través de la columna. Esta operación se puede realizar mientras se efectúa el cromatograma, ya que el inyector queda aislado del resto del sistema.

#### **Automuestreador**

Incluido ya en el AutoSystem GC, el autosystem XL tiene el único automuestreador que forma parte integral del sistema. La bandeja aloja 82 viales de muestra, más un vial de prioridad. Está situada en la parte superior del equipo y aislada totalmente del horno, en un espacio especialmente ventilado. El automuestreador se controla a través del teclado del cromatógrafo, vía Turbochrom o el 1022 GC, tanto en el AutoSystem como en el Autosystem XL. El Automuestreador permite la máxima facilidad de trabajo y la utilización de los dos canales, mediante el acceso automático a ambos inyectores.

#### **Inyectores y detectores**

El Autosystem XL permite ser configurado para alojar de forma simultánea hasta 2 inyectores y 2 detectores (si se elige la combinación PID/ELCD, puede alojar hasta 3 detectores).

Además de los detectores alojados en el bloque de cromatógrafo, se pueden conectar el detector de masas Q-Mass 910 y el detector de infrarrojos por transformada de Fourier modelo 2.000. También puede llevar válvulas de gases automáticas.

#### **Detectores**

Los detectores disponibles son:

- Detector de ionización de llama (FID)
- Detector de conductividad térmica (TCD)
- Detector de captura de electrones (ECD)

- Detector de nitrógeno-fósforo (NPD)
- Detector de fotoionización (PID)
- Detector de conductividad electrolítica (ELCD)
- PID/ELCD en serie
- Detector espectrométrico de masas (MS)
- Detector de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

#### **Integral Link y Turbochrom**

- Interface digital inteligente Perkin Elmer-Nelson
- Instalada dentro del cromatógrafo
- Utilizable con Turbo GC Plus o Turbo GC Lite
- IPM para Turbo GC Plus
- No necesita espacio adicional
- Memoria buffer de 256 KB para asegurar los datos

- Bajo costo

Perkin Elmer es el fabricante líder en el mundo de instrumentos analíticos y tecnología de materiales.

Perkin Elmer Hispania, S.A.

Dpto Marketing

General Vives, 25-27

Tel.: 93-212 22 58

08017 Barcelona



#### **Nueva columna para control del "smog"**

Para poder controlar la formación del "smog", primero deberemos ser capaces de determinar exactamente el rango total de hidrocarburos ligeros presente en el aire; partiendo de metano, e incluyendo los trimetilbencenos.

*Análisis rápidos y separación excelente*

Buscando una columna con una selectividad máxima y un tiempo de análisis corto, Chrompack ha desarrollado la columna  $Al_2O_3/KCl$  Plot de 25 m.

Se encontró que la alúmina, era la fase que ofrecía la selectividad más alta para hidrocarburos ligeros en aire. En esta columna, hasta los trimetilbencenos eluyen en 45 minutos.

Tanto la fabricación, como los métodos de desactivación y las dimensiones de la columna, han sido optimizados para obtener la máxima resolución en el menor tiempo posible.

*Ventajas de la columna  $Al_2O_3/KCl$  PLOT de 25 m*

- Especialmente diseñada para hidrocarburos ligeros en aire.

- Separación excelente en el rango  $C_1$  a  $C_9$ .

- Cortos tiempos de análisis.

- Muy buena reproducibilidad y larga vida media.

#### **Poderoso caballo de batalla para el análisis de rutina**

Chrompack ha desarrollado el último cromatógrafo de gases para columnas capilares, el CP-9002, especialmente adecuado para análisis de rutina, donde la reproducibilidad de los resultados es un valor tan importante como el dinero.

El CP-9002, es el resultado de 40 años de experiencia en el diseño y fabricación de cromatógrafos de gases.

El cromatógrafo de gases CP-9002 está equipado de serie con control de presión electrónico (EPC). Esto significa que además de poder programar la temperatura para mejorar la separación, ahora también se puede programar y variar la presión, para obtener análisis más rápido. Y debido a que la presión se regula automáticamente el flujo se mantiene constante. Así, las columnas pueden operar a su máxima capacidad y durar más.

El CP-9002 está disponible en uno o dos canales y con un amplio rango de inyectores y detectores capilares para elegir.

¡Lo mejor de este nuevo cromatógrafo de gases es el precio! ¡Pregúntenos!

### Análisis de MTBE en gasolinas

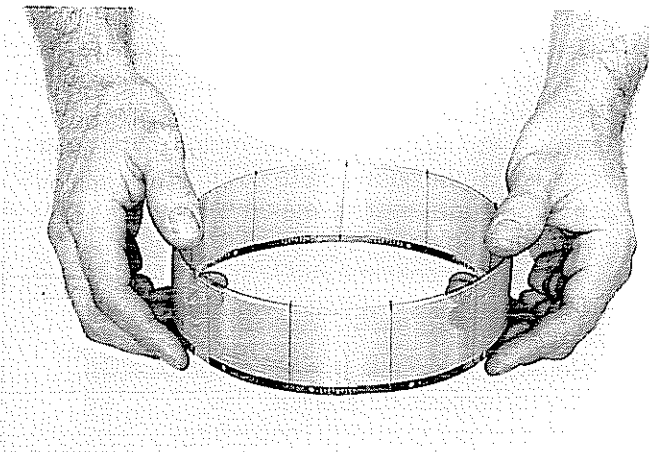
Chrompack ha desarrollado la nueva columna CP-Select para MTBE, una columna especial para la determinación de éter metil butil terciario (MTBE).

El MTBE es un importante aditivo de las gasolinas, usado para aumentar el octanaje en fueles. El interés de estos aditivos ha aumentado debido a la próxima prohibición de las gasolinas con plomo.

La CP-Select para MTBE es una columna muy especial con una fase estacionaria hasta el momento única y que presenta una única selectividad para MTBE. Puede detectar hasta 0,5-50% de MTBE en gasolinas. (Normalmente la concentración es de 5%).

Cada columna es comprobada antes de su envío con una mezcla de varios hidrocarburos, metil etil cetona y MTBE. Esto garantiza el correcto funcionamiento de la columna.

### Revolucionaria columna Plot para análisis de aminas



La nueva columna PoraPlot amines de Chrompack, proporciona una nueva herramienta para el análisis de aminas muy volátiles. Esta nueva fase Plot, pone fin a todas las dificultades encontradas en el pasado en el análisis de aminas debido a su carácter básico.

La PoraPlot amines de Chrompack, está garantizada para el análisis de aminas muy volátiles.

### Garantizado desde amonio hasta hexilamina



Las nuevas PoraPlot amines son producidas bajo los estándares de calidad ISO 9001. Todas las columnas son comprobadas individualmente con una muestra de varias aminas volátiles para garantizar su funcionamiento.

Esta columna puede usarse hasta temperaturas de 250 °C sin deterioro para la fase. Esto supone que es posible analizar hasta hexilamina. Debido a que es más fácil controlar las temperaturas altas que las bajas o subambiente, los resultados son más exactos que nunca y puede realizarse este análisis en cromatógrafos convencionales.

### Resultados reproducibles

La PoraPlot amines, da siempre tiempos de retención reproducibles tanto en análisis isotermos como en los de temperatura variable. Debido a la bien definida estructura de la fase y de la introducción de grupos básicos, las aminas eluyen como picos gaussianos excelentes, incluso a niveles de nanogramos, haciendo la cuantificación fácil y reproducible. Es ideal para análisis de trazas. La columna PoraPlot amines soporta repetidas inyecciones de muestras de aminas volátiles muy concentradas, aun en presencia de humedad.



<b>Certificate of Approval</b>	
<i>Awarded to</i>	
<b>CHROMPACK INTERNATIONAL B.V., MIDDELBURG, NETHERLANDS.</b>	
<i>Bureau Veritas Quality International certify that the Quality Management System of the above supplier has been assessed and found to be in accordance with the requirements of the quality standards and scope of supply detailed below.</i>	
QUALITY STANDARDS	
<b>EN 29002-1987 ISO 9002-1987 BS 5750:PART 2:1987</b>	
SCOPE OF SUPPLY	
<b>PRODUCTION OF CAPILLARY, PACKED, PLOT AND HPLC COLUMNS FOR CHROMATOGRAPHY.</b>	
<i>Subject to the continued satisfactory operation of the supplier's Quality Management System, this Certificate is valid for a period of three years from</i>	
<b>JULY 30, 1992.</b>	
For Bureau Veritas Quality International	
Date	<b>AUGUST 5, 1992</b>
Certificate No:	<b>1775</b>
	 
	SF06/C

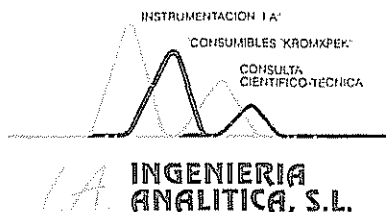
Chrompack fabrica todas sus columnas bajo normas ISO 9001.

Chrompack está representado en España por: Gomensoro, S.A.

Aguacate, 15 - 28044 Madrid

Tel. (91) 508 65 86. Fax (91) 508 65 11.





**PCB ANALYSIS**

Phase: HT8, 0.25µm  
 Column: 25m x 0.22mm ID  
 Initial Temp: 60°C, 2min  
 Rate: 12°C/min  
 Final Temp: 360°C, 10min  
 Detector: Ion Trap MS  
 Injection Mode: PTV  
 Carrier Gas: He, 15psi

1 PCB 18  
 2 PCB 31  
 3 PCB 28  
 4 PCB 52  
 5 PCB 44  
 6 PCB 70  
 7 PCB 101  
 8 PCB 110  
 9 PCB 149  
 10 PCB 153  
 11 PCB 138  
 12 PCB 180  
 13 PCB 170

**1.-CONSUMIBLE**

**Nuevo flujómetro digital para GC.** Este nuevo modelo incorpora la capacidad de medir hasta siete gases distintos: hidrógeno, helio, aire, nitrógeno, 5% argon/metano, oxígeno y dióxido de carbono. Calibrados según las normativas del Nist y pueden utilizarse como herramienta de trabajo en su programa ISO-9000 o GLP.

Su precisión no se ve afectada por la temperatura o la presión y proporciona medidas de flujo de gas, velocidad lineal y rangos de "split", en cromatografía capilar.

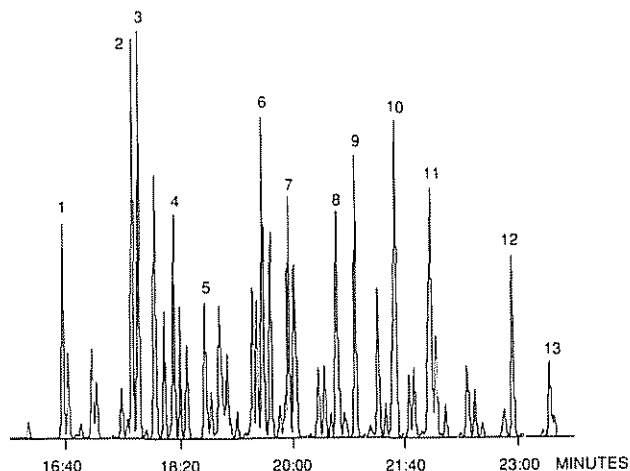
**Novo-Clean IC. Discos para extracción en fase sólida.** Estas membranas eliminan las interferencias en cromatografía iónica y electroforesis capilar. Están formadas por intercambiadores catiónicos de poliestireno divinilbenzeno de elevada pureza que impregna una membrana de teflón. Presentan varias ventajas frente a los cartuchos o columnas estándares de extracción en fase sólida, destacando: una mayor área de superficie, una sección más fina que aumenta la velocidad de extracción, el paso de la muestra a través de filtro es más fácil y se eliminan las vías preferentes que se pueden formar en los rellenos estándares de extracción.

**Columnas capilares para GC/MS. Tecnología 8PX y HT.** La degradación térmica o química de una fase estacionaria, comúnmente conocida como sangrado de columna es muy familiar para todos los usuarios de cromatografía de gases. Este fenómeno se atribuye a la rotura de la cadena base de polisiloxano. La rotura produce pequeños grupos siloxano que eluyen de la columna causando un aumento de la señal del detector.

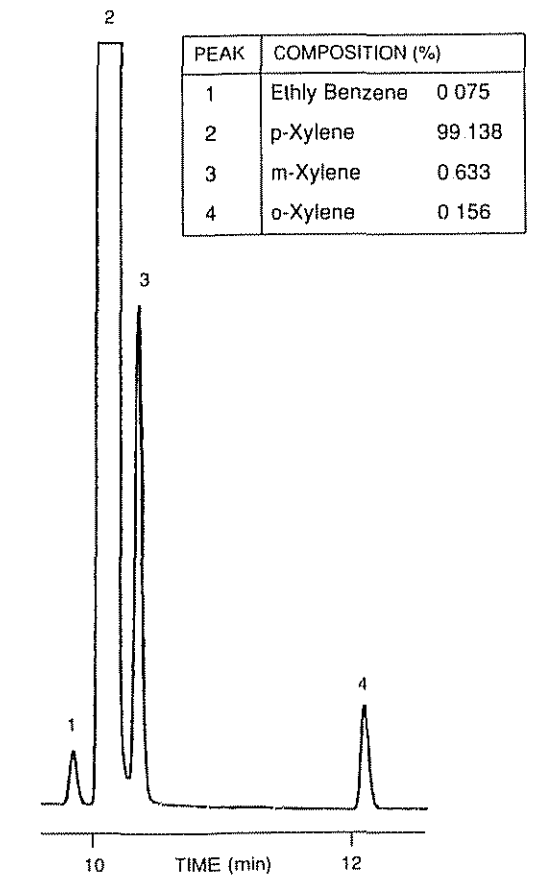
Estos incrementos son indeseados en cualquier columna y particularmente cuando la detección es mediante espectrometría de masas, ya que el sangrado de la columna puede complicar la identificación espectral de los solutos y afectar a la exactitud cuantitativa y por lo tanto a los límites de detección.

La tecnología de polímeros utilizada por nuestra representada SGE ha permitido desarrollar un rango de columnas capilares completamente nuevas: BPX5, BPX35, BPX70, HT5 y HT8. Todas ellas presentan niveles de sangrado totalmente bajos y permiten trabajar a temperaturas elevadas sin problemas, siendo así ideales para GC/MS y detectores selectivos como ECD, NPD, FPD...

Part No. 054675



**Columna capilar BP-Xylene.** La detección de niveles bajos de impurezas en p-xileno es de gran importancia para las industrias de química fina y polímeros. Este isómero es muy utilizado en la preparación de fibras de poliéster y productos químicos como ácido benzoico, anhídrido ftálico, isoftálico y ácidos



teraftálicos. Debido a que la necesidad de disponer de polímeros y compuestos químicos de elevada pureza aumenta, son necesarios nuevos métodos analíticos para asegurar que las materias primas para la producción sean de la máxima pureza.

SGE ha desarrollado la columna BP-Xylene, especialmente diseñada para permitir la detección impurezas en p-xileno a niveles de ppm. La impureza más común y más difícil de analizar es el m-xileno, debido a que eluye inmediatamente detrás del p-xileno y por lo tanto muchas veces no se resuelven correctamente con lo que la cuantificación de esta impureza no ha sido nunca fácil. Esta nueva columna soluciona este problema y permite la detección y cuantificación de p-xileno hasta las 100-200 ppm.

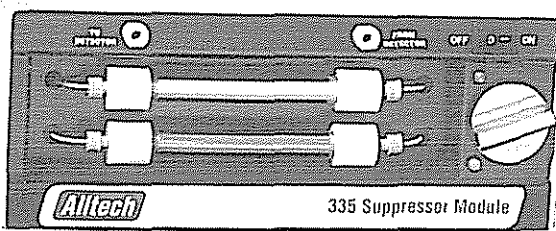
## 2.-INSTRUMENTACIÓN

**Nueva versión detector HPLC VAREX ELSD MKIII.** Esta versión reciente incorpora nueva tecnología para mejorar su sensibilidad y facilitar su funcionamiento.

Los detectores ELSD detectan lípidos, carbohidratos, surfactantes, polímeros, ácidos grasos, aceites y otras muestras difíciles de forma precisa y exacta incluso a bajas concentraciones. Cualquier muestra menos volátil que su fase móvil es detectable eliminando así los problemas más comúnmente asociados a los detectores IR y UV.

La respuesta del ELSD no depende de las características ópticas de la muestra, por lo que permite ver cualquier compuesto de la muestra sin importar su grupo funcional. Es sin duda un detector universal de ultra alta sensibilidad.

**Módulo de supresión química para cromatografía iónica.** Este nuevo sistema de supresión química puede instalarse en cualquier equipo de cromatografía LC o IC proporcionando una mayor sensibilidad del detector y una línea base mucho más estable.



Se instala entre la columna y el detector de conductividad. Consta de unos cartuchos rellenos con un intercambiador catiónico de elevada capacidad en forma hidrógeno. Al salir de la columna el eluyente pasa a través del cartucho supresor y éste es convertido a su forma ácida de baja ionización y conductivi-

dad, reduciendo así la señal base. Al mismo tiempo, los analitos pasan a la forma de ácidos de elevada conductividad aumentando así su señal.

Ahora, usted puede mejorar la estabilidad de la línea base, los límites de detección o la resolución de su sistema de HPLC o IC intercalando de forma rápida y sencilla este supresor a su línea actual de cromatografía evitando así la necesidad de comprar un equipo nuevo.

Consúltenos su problema, tenemos la solución.

Ingeniería Analítica, S.A.

Apdo. 282, Ctra. Cerdanyola, 65-67

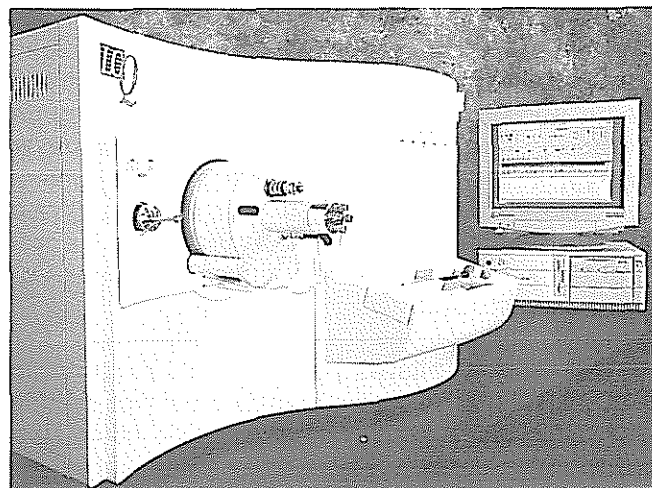
08190 Sant Cugat del Vallés (Barcelona)

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



## GC/MS/MS y LC/MSn

La firma Kontron Instruments, S.A. ha presentado en Expoanalítica (abril, 1995) la nueva tecnología en GC/MS/MS por "quadrupole ion trap" de su representada Finnigan Mat



El equipo GCQ combina las ventajas de los detectores basados en "quadrupole" suministrando espectro de masas tradicionales y los que emplean "ion trap" caracterizados por mejores límites de detección que los primeros.

Este sistema de detección está llamado a ser el nuevo estándar en los equipos de sobremesa con tandem MS/MS.

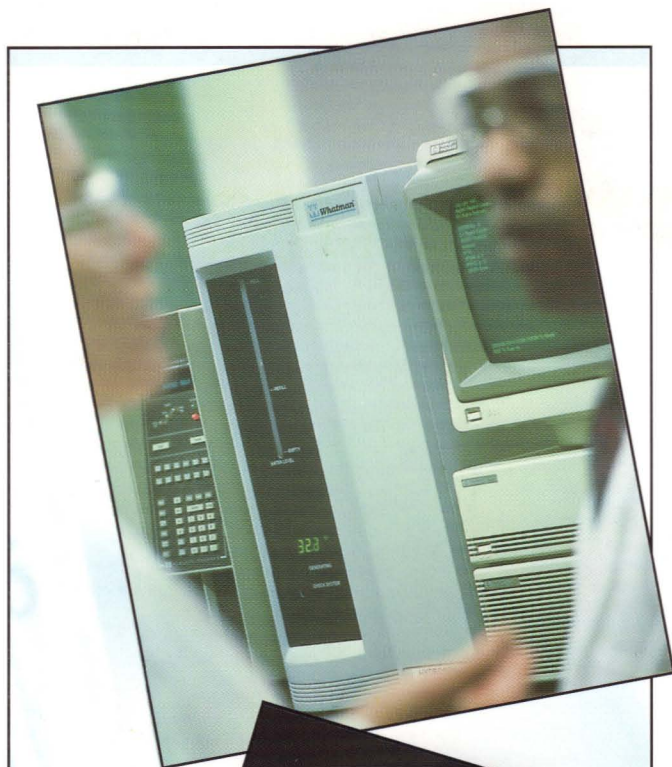
El equipo está controlado por un software que trabaja con el sistema operativo Windows NT<sup>TM</sup> multiárea en tiempo real y extraordinariamente intuitivo.

Otro de los avances más significativos es un novedoso diseño que permite realizar el mantenimiento preventivo sin necesidad de usar herramientas con objeto de minimizar los costes de operación.

El próximo mes de julio 95 se presentará oficialmente el nuevo LCQ, durante el "Congreso de MS en Ciencias de la Salud" a celebrar en Barcelona.

# Whatman

## Generadores de gas Whatman para laboratorio - malas noticias para las botellas !



En Whatman Internacional, comprendemos sus necesidades de suministro continuo de gases de alta calidad en el laboratorio. Nuestros generadores de gases cubren esta necesidad, y eliminan las preocupaciones de la compra, el almacenamiento y el manejo, asociadas con la utilización de botellas para su suministro de gas.

Los generadores de gases Whatman son la forma moderna y rentable de producir de manera efectiva gases de alta pureza a seguras bajas presiones, donde y cuando lo necesite en el laboratorio.

Nuestra innovadora tecnología de generadores de gas, ahora se extiende a la generación de hidrógeno ultra puro, nitrógeno y aire comprimido. También le ahorran un espacio valioso !



La instalación de un generador de gas es fácil, y solo por una vez. Solo es necesaria una mínima atención del usuario, cuando el suministro de gas dependa de él.

Todos los generadores de gases Whatman están atendidos por un equipo nacional de ingenieros de servicio, y están recomendados y utilizados por los mayores fabricantes de instrumentos.



Donde está utilizando un GC, FT-IR, NMR o TOC por nombrar unos pocos, hay el generador de gas Whatman para él !

**Para más información contacte con Giralt hoy !**

**GIRALT S.A.**

Capitán Haya 56

Madrid 28020

Tel: (91) 579 04 69

Fax: (91) 571 10 70

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

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: 5.500 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 QUÍMICA  
GRUPO DE CROMATOGRAFIA Y TÉCNICAS AFINES**

HOJA DE INSCRIPCIÓN

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, ruego 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. Número de cuenta



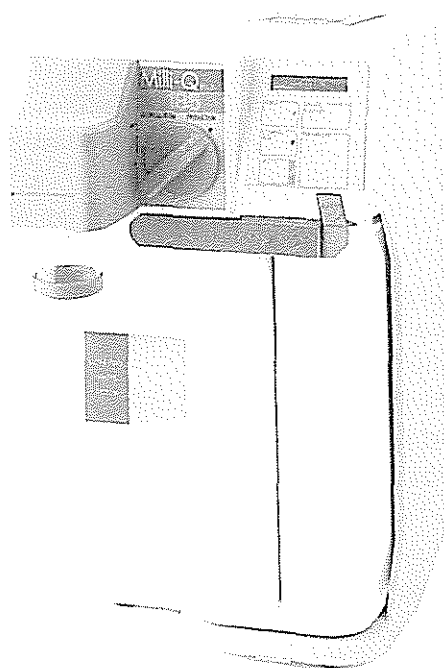
El LCQ es un equipo dedicado a LC/MS que revolucionará el sector de la Cromatografía Líquida al realizar MS/MS. .../ (máximo n=10).

Para más información dirigirse a:  
Kontron Instruments, S.A  
Salvatierra, 4 - Tel 358 18 35 - 28034 Madrid  
Narcís Monturiul, 2, 2º, 1ª - Tel 473 74 44  
08960 Sant Just Desvern (Barcelona)

## MILLIPORE

### Milli-Q®185 Plus

Sistema para producción de agua de grado reactivo equipado con tecnología de foto-oxidación ultravioleta (U.V.), que produce agua ultrapura con los mínimos niveles de carbono orgánico total (C.O.T.)



### Un nuevo patrón de calidad para el agua ultrapura

En algunas aplicaciones del agua ultrapura, incluso las más bajas concentraciones de materia orgánica pueden afectar a los resultados. Las aplicaciones más típicas en las que se requiere una agua con el menor nivel posible de C.O.T. son los análisis empleados para el control ambiental y, en general, los análisis instrumentales de alta sensibilidad, como los realizados mediante GC, GC/MS, HPLC e IC. El sistema Milli-Q185 Plus, cuando es alimentado con agua de ósmosis inversa (R.O.), produce:

- hasta 1,5 litros por minuto, bajo demanda, de agua ultrapura,
- con una resistividad de 18,2 megaohmios/cm,
- y un nivel de C.O.T. menor de 5 ppb ( $\mu\text{g/l}$ ), un nivel de pureza que sólo puede alcanzarse mediante la tecnología exclusiva U.V. de Millipore.

## LA TECNOLOGÍA DE FOTO-OXIDACIÓN ULTRAVIOLETA (U.V.)

### Acción germicida (254 nm)

Las lámparas U.V. se han venido utilizando como etapa germicida en sistemas de tratamiento de aguas. Las lámparas U.V. convencionales de vapor de mercurio a baja presión generan un nivel máximo de energía a una longitud de onda de 254 nm, que destruye los microorganismos mediante disrupción de su ADN.

Habitualmente, las emisiones de menor longitud de onda se pierden, ya que son absorbidas por las impurezas contenidas en el cuarzo que forma la camisa de la lámpara y la cubierta que rodea a aquella.

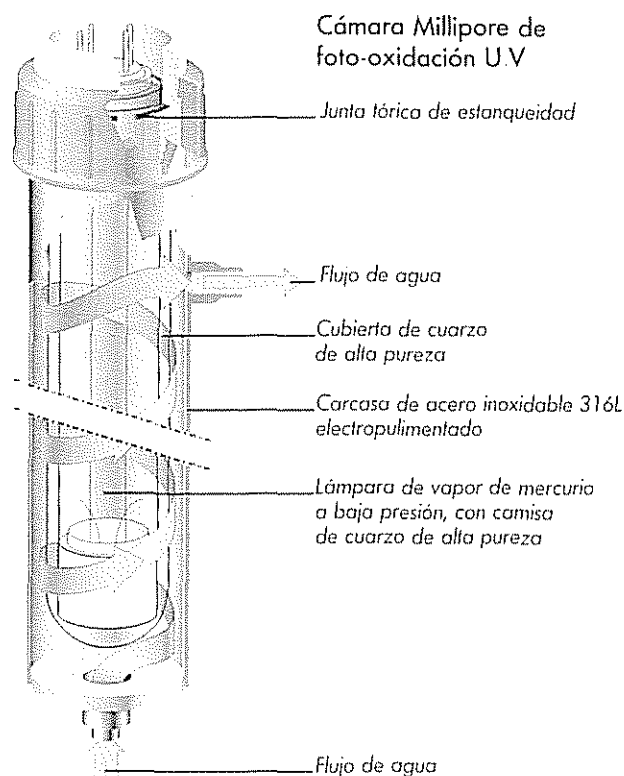
### Reducción de C.O.T. (185 y 254 nm)

Existen lámparas modernas en las que se obtiene una emisión significativa de energía tanto a 185 nm como a 254 nm.

La radiación U.V. oxida la materia orgánica disuelta, mediante una reacción fotoquímica en cadena, que requiere la intervención de radiaciones de 185 y de 254 nm, para generar radicales hidroxilo libres ( $\text{OH}\cdot$ ), altamente reactivos, que participan en el proceso de oxidación.

### Cámara de foto-oxidación U.V.

Se ha demostrado que la selección de una carcasa adecuada es clave para obtener la máxima efectividad en una cámara de foto-oxidación U.V. El acero inoxidable 316L electropulimentado proporciona la máxima reflexión, permitiendo una irradiación óptima dentro de la cámara. Otros materiales, como los plásticos, son inaceptables por su bajo nivel de reflexión y por el "envejecimiento" prematuro que sufren en presencia de luz U.V.



## CARACTERÍSTICAS EXCLUSIVAS

### Pureza garantizada

Todos los materiales utilizados en el sistema Milli-Q185 Plus han sido seleccionados y validados específicamente para garantizar el máximo nivel de pureza. Todas las conducciones posteriores a la cámara U.V. están construidas en PTFE.

El sistema Milli-Q185 Plus produce el agua ultrapura bajo demanda. Esto significa que el equipo se mantiene permanentemente en estado de espera ("stand-by"), recirculando periódicamente el agua que contiene para mantener una calidad óptima y sólo produce agua ultrapura cuando usted la necesita, a razón de 1,5 l/min. Esto elimina el riesgo de deterioro del agua debido a su almacenamiento.

En el Milli-Q185 Plus, la foto-oxidación de la materia orgánica disuelta permite obtener la máxima pureza con gran rapidez, acortando los periodos de recirculación del agua.

### Ergonomía y versatilidad

El sistema Milli-Q185Plus es compacto y se puede instalar de forma mural o en sobremesa, en el punto del laboratorio en que se desee utilizar el agua ultrapura.

El único mantenimiento se reduce a la situación anual de la lámpara U.V. y al cambio periódico del bloque de purificación y del filtro final.

El bloque de purificación QPAK™, exclusivo de Millipore, convierte al Milli-Q185 Plus en el equipo de tratamiento de agua de mantenimiento más simple: basta con extraer el bloque agotado e instalar uno nuevo, sin necesidad de ninguna herramienta.

### Simplicidad y seguridad

Los controles son extremadamente sencillos: una pantalla alfanumérica indica, en todo momento, el estado operativo del equipo; un piloto luminoso informa de la necesidad de reponer el bloque de purificación, a fin de mantener un nivel óptimo de C.O.T.; otro piloto indica el funcionamiento de la lámpara U.V.

Durante los periodos de parada, el sistema Milli-Q185 Plus es mantenido en estado de espera ("stand-by") por un controlador electrónico, que realiza periódicamente una recirculación total del agua contenida en el equipo. Esto asegura una recuperación inmediata de la calidad del agua en el momento en que el sistema se pone en marcha.

Un resistivímetro situado a la salida del agua ultrapura permite un control continuo de su calidad. Los valores de resistividad se presentan normalizados a 25 °C, según requieren las normas para el control de la calidad del agua de alta pureza. La precisión del resistivímetro se controla mediante un auto-test, que se realiza automáticamente cada vez que se pone en marcha el sistema Milli-Q185 Plus.

Para recibir más información, puede usted ponerse en contacto con la Delegación Millipore más próxima:

Millipore Ibérica, S.A. - Avda. Llano Castellano, 13 - 28034 Madrid - Tel. (91) 729 03 00. Fax (91) 729 29 09.

Millipore Ibérica, S.A. - Entenza, 24 - 08015 Barcelona - Tel. (93) 325 96 16. Fax (93) 325 98 96.



## GENERADORES Y PURIFICADORES DE GASES WHATMAN: UNA ALTERNATIVA A LOS CILINDROS DE GASES

Giralt, S.A. pone a su disposición toda una serie de sistemas de purificación y generadores de gases:

- Generadores de hidrógeno ultrapuro.
- Generadores de nitrógeno.
- Generadores de aire sintético.
- Purificadores y generadores de aire comprimido.
- Equipos específicos para purgado de FT-IR.
- Purificadores para equipos absorción atómica, etc.

La línea de equipos de Whatman International supone una alternativa moderna y segura a la utilización de cilindros de gases necesarios en muchas técnicas analíticas, evitando asimismo muchos de los inconvenientes que se derivan de su uso:

- Almacenamiento de grandes cantidades de gases.
- Incómodo manejo de las botellas.
- Tiempos muertos y en ocasiones necesidad de recalibración, etc.

Con los generadores Whatman se puede disponer de una fuente continua de gas con toda una serie de ventajas adicionales:

- Seguridad y flujo continuo de gas.
- Elevada pureza.
- Periodos de amortización cortos.
- Mejora de la sensibilidad.
- Diseño compacto de pared o sobremesa.
- Mantenimiento mínimo.

Las aplicaciones fundamentales de estos sistemas son variadas, pudiéndose decir que son compatibles con cualquier técnica o instrumentación que necesite un aporte de gases. No obstante está especialmente recomendado su uso en:

- Cromatografía de gases.
- Espectrofotómetros de IR-FT.
- Analizadores TOC.
- Absorción atómica.
- Espectrometría de masas, etc.

Para obtener una mayor información sobre los equipos citados, o sobre cualquier otra gama de productos de Giralt, S.A., pueden dirigirse a:

- Madrid: Capitán Haya, 58  
Tel. 91-579 04 69. Fax 91-571 10 70.
- Barcelona: Rosellón, 132  
Tel. 93-323 11 69. Fax 93-454 05 23
- Sevilla: Reina Mercedes, 25  
Tel. 95-462 95 61. Fax 95-423 26 66.

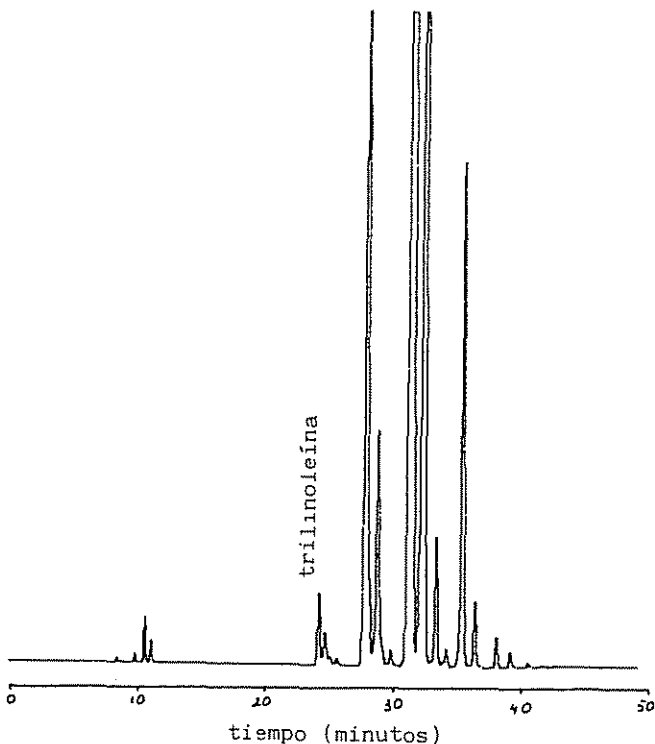
## INSTRUMENTACIÓN

### Detector de dispersión de luz Varex MK III

El nuevo detector Varex MK III ELSD (Evaporative Light-Scattering Detector), se consolida como sustituto de los detectores de índice de refracción y ultravioleta a baja longitud de onda.

Su principio de funcionamiento, evita los principales problemas derivados del uso de estos detectores, aumentando la sensibilidad en la detección de analitos. Los análisis con el detector ELSD Varex MK III, permiten emplear gradiente de fase móvil sin deriva de la línea de base, así como la desaparición del pico del disolvente con una disminución apreciable del ruido de fondo.

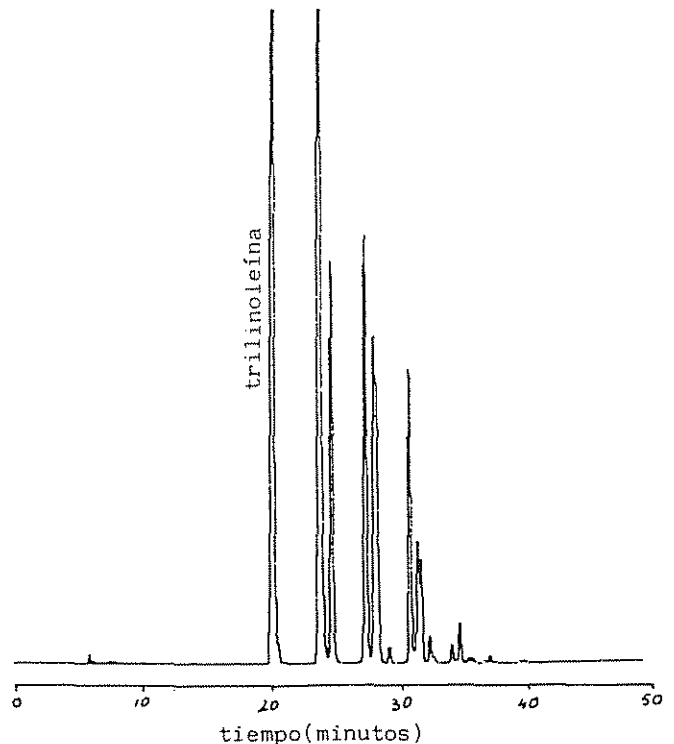
Estas características permiten la determinación rápida y precisa de matices complicados como lípidos, azúcares, surfactantes, polímeros, ácidos grasos, etc.



Como ejemplo, reproducimos los resultados obtenidos en nuestro laboratorio para el análisis de triglicéridos en aceites vegetales.

### Triglicéridos en aceite de oliva

Muestra: 0,4 ml de aceite en 20 ml de acetona, 20  $\mu$ l inyectados



Fase móvil: Gradiente de acetonitrilo/acetona, de (50:50) a (0:100) en 40 minutos

Columna: Spherisorb ODS2 5 $\mu$ , 250 x 4,6 mm a temperatura ambiente.

Detector: Varex MK III.

### Triglicéridos en aceite de girasol

Idénticas condiciones al análisis anterior.

### Repuestos de bombas y detectores de HPLC

La sustitución de muchos componentes de equipos de HPLC es sencilla y puede ser realizada por nuestro departamento técnico, lo que supone un ahorro en los altos costes que los fabricantes de equipos originales (OEMs) presentan en servicio posventa.

La mayor parte de nuestros productos son suministrados por las mismas compañías que lo hacen a los OEMs, lo que asegura riesgo cero para nuestros clientes.

En todo caso, como confirmación de la garantía de nuestros productos, se procederá al reintegro del importe completo de nuestros cargos, si se desea la devolución del producto por cualquier razón.

Disponemos de un amplio catálogo de retenes, válvulas, pistones y lámparas para cualquier aparato, que puede solicitar ahora mismo a nuestro departamento comercial.

Sugelabor, S.A.

Sicilia, 36

Tel. (91) 501 39 36

Fax (91) 501 39 38

28038 Madrid

## ENVI-DSK C18 y C18, para extracción de grandes volúmenes

Teknokroma presenta los discos de extracción ENVI-18 DSK y ENVI-8 DSK de Supelco para extracción en fase sólida, consistentes en una matriz de fibra de vidrio conteniendo sílica modificada químicamente y que permiten elevados flujos de trabajo con una mayor resistencia a la obturación, siendo además, más económicos que los filtros de teflón.



Su campo de aplicación incluye la extracción de contaminantes orgánicos (PAHs, PCBs, pesticidas, herbicidas, ftalatos, etc.) de grandes volúmenes de agua.

Los discos ENVI-DSK cumplen con las especificaciones de las normas EPA 506, 525.1, 549.1 y 550.1 para ftalatos, semivolátiles orgánicos, paraquatiquat y PAHs, respectivamente.

Supelco presenta también dentro de esta misma línea, el ENVI-Disk Holder diseñado especialmente para facilitar la extracción de grandes volúmenes, así como el ENVI-Disk Manifold que permite extraer hasta seis muestras simultáneamente.

## Nuevo catálogo de Supelco 95

Como cada año Teknokroma ha hecho llegar a sus clientes el nuevo catálogo 1995 de Supelco, el cual es sin lugar a dudas, el más importante en el campo de la cromatografía, con sus más de 900 páginas conteniendo más de 14 000 productos especialmente destinados a esta técnica analítica.

Este año el catálogo de Supelco presente respecto a ediciones anteriores, importantes novedades como la de incorporar por primera vez los precios en pesetas para todos sus productos para facilitar el trabajo del usuario.

Ampliado en más de 100 páginas respecto a la edición anterior, incorpora nuevos e interesantes productos:

– Nuevas columnas PLOT (Porous Layer Open Tubular) desarrolladas para la separación de una

amplia variedad de gases permanentes e hidrocarburos ligeros.

– Nuevas columnas SCOT (Support Coated Open Tubular) con una amplia gama de fases estacionarias y que combinan las ventajas de las columnas capilares con la variedad de fases propia de las columnas de relleno convencionales.

– Nuevos estándares para cromatografía en sus más de 160 páginas dedicadas exclusivamente a este tema.

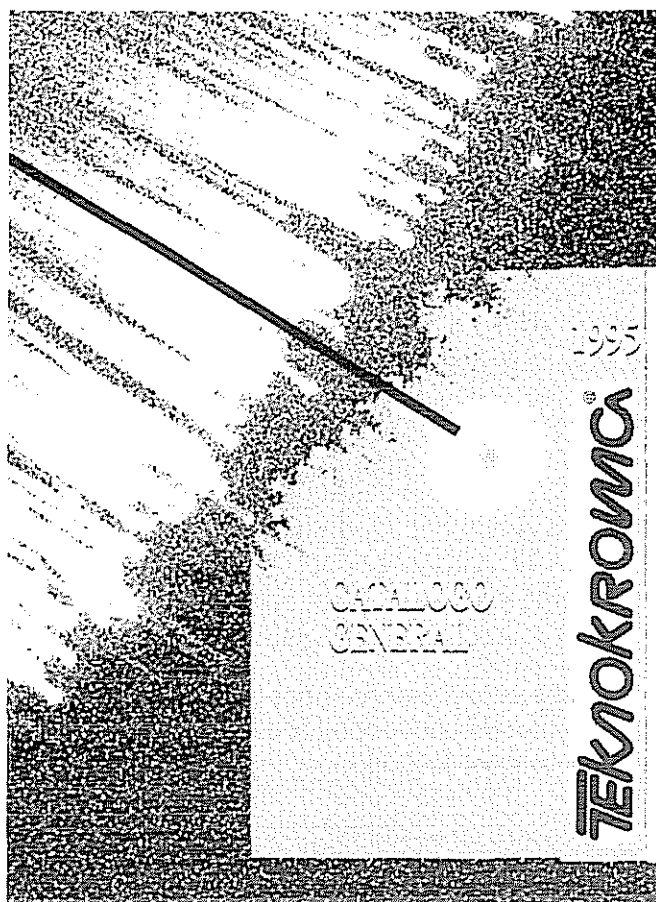
– Nuevos discos de extracción, ENVI-Disks, de fibra de vidrio con grupos C8 y C18, especialmente indicados para la extracción de contaminantes orgánicos en grandes volúmenes de agua.

– Nuevas columnas de HPLC para aplicaciones especiales, como la ABZ+ que es la mejor columna del mercado para el análisis de compuestos ácidos y básicos por fase reversa.

– Nuevas columnas de sílice fundida funcionalizada para electroforesis capilar.

## Catálogo general de Teknokroma

Teknokroma presenta su nuevo catálogo general 1995 en el cual, a través, a través de sus 120 páginas, se describen los productos más representativos de entre las más de 35.000 referencias que aparecen en los diversos catálogos de sus múltiples representadas o que fabrica a través del nombre comercial Tracer.



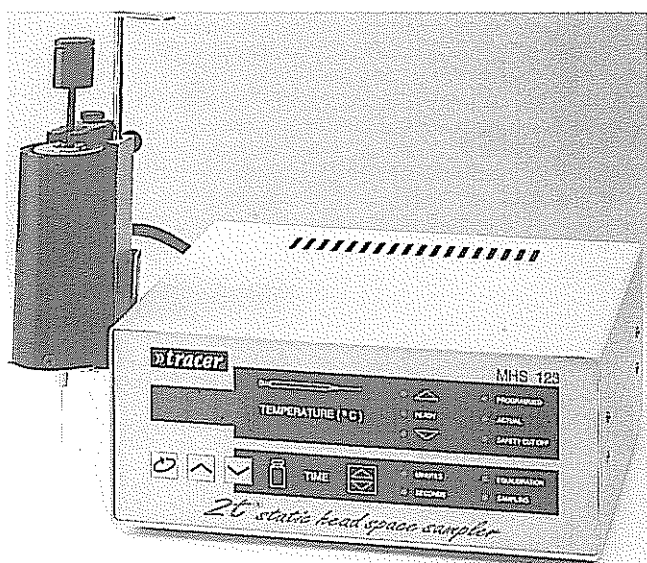


Este catálogo, en el que se incluyen los precios en pesetas para mayor facilidad del usuario, además de numerosas ofertas, pretende simplificar el trabajo del analista a la hora de localizar un producto o servicio necesario para su trabajo, así como dar una visión global de las diversas líneas de accesorios y material fungible para las diversas técnicas analíticas que suministra Teknokroma.

### Nuevo muestreador de espacio en cabeza

El muestreador 2t es el primer sistema manual de espacio de cabeza estático (Head Space) que permite aplicar esta técnica de forma cuantitativa y a bajo coste

El nuevo modelo presentado por Teknokroma incorpora importantes mejoras respecto al modelo anterior, como es la de un nuevo diseño de microprocesador para controlar todas las funciones del equipo.



El muestreador 2t cumple con los requisitos exigidos por las Farmacopeas Europea 2ª Ed 1992 y Americana USP 23/NF 18, 1995.

Entre sus características destacan:

- Seguridad para el analista ya que trabaja a baja tensión.
- Costes nulos de mantenimiento.
- Volumen de inyección variable hasta 5 ml, permitiendo el análisis de trazas (ppb).
- Extremada facilidad de manejo.
- Alarma de protección térmica.
- Reproducibilidad excelente, RSD-1%.
- Selección de tiempo de muestreo.
- Selección de tiempo de equilibrio.
- Rango de temperaturas de 40 °C-120 °C, con precisión de 0,5 °C.
- Se adapta a cualquier cromatógrafo.

Entre las múltiples aplicaciones de este equipo están:

- Análisis de volátiles en productos farmacéuticos, cosméticos y alimentarios
- Análisis de aromas en productos de alimentación y cosméticos
- Alcohol y otras sustancias tóxicas en sangre.
- Screening de volátiles en todo tipo de muestras ambientales (suelos, aguas, polímeros plásticos, etc).

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.

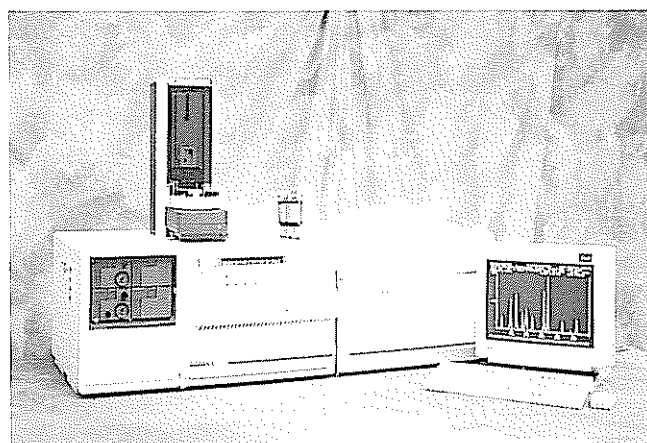
Valencia: (96) 362 08 07.

## varian

### VARIAN PRESENTA NUEVOS AVANCES TECNOLÓGICOS PARA EL SISTEMA GC/MS SATURN

Varian ha desarrollado un nuevo paquete integrado para aumentar las capacidades analíticas del Saturn GC/MS.

Estas opciones permiten obtener posibilidades de análisis mediante GC/MS, que sólo instrumentos mucho más costosos y complejos alcanzan. Además, todas las posibilidades del Saturn GC/MS están controladas mediante una Estación de Datos, y para su incorporación no es necesario ningún tipo de cambio de fuentes o de modificación en el hardware.



Las nuevas opciones que Varian ofrece son:

#### MS/MS AMD

Desarrollo Automático de Métodos, que permite una fácil y rápida optimización de los parámetros de la Disociación por Colisión Inducida (CID), reduciendo así el tiempo de preparación de un nuevo método MS/MS.

**MS<sup>n</sup>**

Espectrometría de Masas a la enésima potencia, una técnica realmente valiosa por su alto coste y complejidad, que puede ser ahora incorporada a su Sistema Varian GC/MS de sobremesa. Los laboratorios que necesiten caracterizar compuestos totalmente desconocidos se beneficiarán de la posibilidad MS<sup>n</sup>.

**MRM**

Monitorización de Reacciones Múltiples, hasta ahora ofrecida exclusivamente por los grandes sistemas de triple cuadrupolo y que permite el análisis patrones internos marcados isotópicamente que coeluyen con otros compuestos

**SIS**

Almacenamiento Selectivo de Iones, que ofrece la

posibilidad de obtener ventanas de aislamiento de iones tan pequeñas como una unidad de masa. Los analistas del laboratorio podrán diseñar los análisis con más precisión que nunca.

El Sistema GC/MS Saturn de Varian puede ser actualizado con estas opciones gradualmente, de tal forma que los laboratorios pueden incorporar aquellas opciones que necesiten en el momento que las necesiten.

Para más información, por favor, contacte con:

Varian Ibérica  
Avda. Pedro Díez, 25  
28019 Madrid  
Tel. 91/472 76 12  
Fax 91/472 50 01

\* \* \*

# Con LaChrom

la HPLC acaba de entrar en el siglo XXI



¿Una afirmación ambiciosa?  
En absoluto.

Desarrollado como consecuencia de las experiencias acumuladas a través de años de investigación en Merck e Hitachi, LaChrom es un sistema de HPLC de generación avanzada.

Combinando innovación técnica con sencillez de manejo, LaChrom hace el trabajo de laboratorio más fácil y seguro, al tiempo que incrementa notablemente la calidad de los resultados.

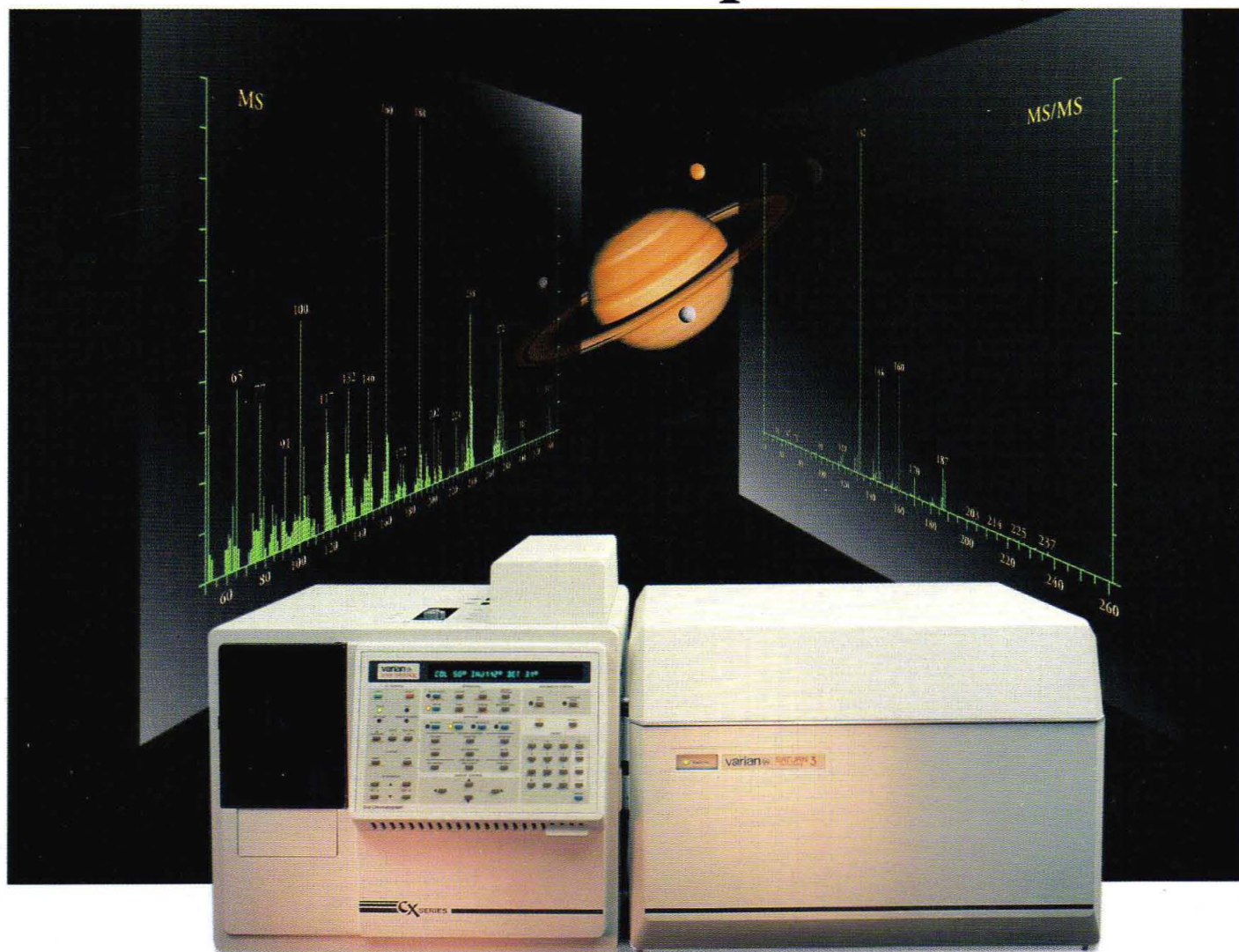
Diseñado y fabricado de acuerdo con los requisitos de un sistema de calidad ISO 9001, LaChrom ofrece una garantía de dos años y se suministra con certificados de prueba y validación.

Así puede Ud. estar seguro de que LaChrom no sólo es el prelude del siglo próximo, él seguirá funcionando perfectamente cuando este llegue.

Merck Farma y Química, S.A.  
División de Reactivos  
(93) 570 57 50

**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