

# CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

**SECYTA**

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE  
CROMATOGRAFÍA  
Y TÉCNICAS AFINES

**27**  
BOLETIN DE LA SECYTA  
VOLUMEN 27 NÚM. 2 (2006)  
WWW.SECYTA.ORG

# IC HPLC Extracción Autopurificación



**Reagent Free,**  
la Cromatografía Iónica  
sin reactivos.

**HPLC Ultimate 3000,**  
Soluciones Inteligentes.  
Cromatografía Ultra-rápida:  
de escala micro a  
semipreparativa.

**Extracción Acelerada**  
de solventes ASE.

**Sistemas APS**  
de Autopurificación



[www.vertex.es](http://www.vertex.es)

# CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, diciembre de 2006 Vol. 27, núm. 2

ISSN 1132-1369

Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (<http://www.secyta.org>)

## INDICE

50 **Editorial**

### ARTÍCULOS

51 Estrategias analíticas para la determinación de plaguicidas en aguas por cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem *por María Ibáñez, Juan V. Sancho, Óscar J. Pozo, Félix Hernández*

### NOTICIAS DE LA SECyTA

66 La 6ª Reunión Científica de la SECyTA

67 La 6ª Asamblea General de la SECyTA

71 Nuevos socios

### INFORMACIONES

73 Artículos de interés

76 Congresos celebrados

### DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

78 Novedades técnicas

85 Impresos de solicitud de ayudas para congresos

-----  
**Redacción:** Elena Ibáñez ([elena@ifi.csic.es](mailto:elena@ifi.csic.es)), Alejandro Cifuentes ([acifuentes@ifi.csic.es](mailto:acifuentes@ifi.csic.es))  
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Isabel Martínez Castro ([iqomc16@iqog.csic.es](mailto:iqomc16@iqog.csic.es)), Lourdes Ramos ([l.ramos@iqog.csic.es](mailto:l.ramos@iqog.csic.es))  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel.91 562 29 00

**Publicidad:** José Luis Andréu  
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91 562 29 00, ext 355

**Comité Editorial:** A. Cifuentes, M. de Frutos, E. Ibáñez, M.L. Marina, I. Martínez Castro, L. Ramos

**Depósito legal:** M-1902-1975

**Diseño, preimpresión e impresión:** Helios, S.L. • Duque de Sevilla 16 • 28002 Madrid • Tel. 91 768 49 50

**Diseño de portada:** Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

## LA EUROPEAN SOCIETY FOR SEPARATION SCIENCES

Una de las características de la ciencia actual es el creciente aumento de la colaboración científica. En un interesante estudio publicado recientemente<sup>1</sup> se indica que la cooperación internacional en ciencia, medida por el número de documentos publicados conjuntamente por investigadores de dos a más países, ha aumentado en las últimas décadas. El estudio de los documentos científicos aparecidos en el periodo 1996-2004 demuestra que la tasa de colaboración internacional de España es del 33%, similar a la de otros países de la Unión Europea tales como Italia, Reino Unido o Francia.

La colaboración no debe alcanzar sólo a los investigadores, sino también a las sociedades científicas. Durante 2006 se ha culminado el proceso de constitución de la *European Society for Separation Sciences (EuSSS)*, de la que la *SECyTA* forma parte. El pasado 4 de enero de 2006 se registraron en Bayreuth (Alemania) los estatutos de la *EuSSS* como sociedad de carácter europeo con la participación de sociedades relacionadas con la ciencia de separaciones o con la cromatografía de los siguientes países: Alemania, Austria, Croacia, Dinamarca, Eslovenia, España, Francia, Hungría, Noruega, Polonia, Reino Unido, República Checa y Ucrania. Una empresa comercial (Thermo-Electron) forma parte de la *EuSSS*, como empresa asociada. Otros países, tales como Finlandia, Irlanda, Holanda, y otras empresas de instrumentación científica han expresado su interés en participar en la nueva Sociedad.

Los objetivos de la *EuSSS* son múltiples. Por una parte, actuará como un “paraguas” de sociedades nacionales que forman parte de ella para unificar y consolidar el potencial intelectual que en este campo existe en los diferentes países miembros; se pretende así proporcionar a esos países un órgano de expresión común dentro de la comunidad internacional, dentro del campo científico y de la política científica de la Unión Europea. Por otra parte, servirá para promover una red internacional que permita una mejor diseminación de los conocimientos técnicos para establecer programas científicos de colaboración que faciliten contactos tanto a nivel universitario como industrial. Por último, será un elemento que permitirá armonizar los programas de enseñanza de la Ciencia de las Separaciones en Europa.

La *EuSSS* cuenta por ahora con el *Journal of Separation Science* ([www.jss-journal.de](http://www.jss-journal.de)), que actúa como plataforma de comunicación de la Sociedad. La *EuSSS* ha patrocinado en los últimos años diferentes congresos internacionales, de los que los más representativos es la serie de los *International Symposium on Chromatography (ISC)*. Entre las acciones ya emprendidas está la concesión de los premios *Young Generation EuSSS*, para lo que ha venido organizando sesiones de comunicaciones orales para jóvenes investigadores dentro de los congresos patrocinados por la *EuSSS*.

Finalmente, os invito a todos a visitar la página web de la *EuSSS* ([www-c724.uibk.ac.at/theochem/eusss/](http://www-c724.uibk.ac.at/theochem/eusss/)) donde podréis encontrar más información sobre sus fines y actividades.

**J.C. Diez-Masa**  
*Presidente de la SECyTA*

---

<sup>1</sup> I.Gómez, R.Sancho, M.Bordons y M.T.Fernández, La I+D en España a través de publicaciones y patentes, en Radiografía de la Investigación Pública en España, Eds. J.Sebastián y E.Muñoz, Biblioteca Nueva, Madrid, 2006, pgs. 275-302.

# ARTICULOS

## Estrategias analíticas para la determinación de plaguicidas en aguas por cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem

María Ibáñez, Juan V. Sancho, Óscar J. Pozo, Félix Hernández\*

Instituto Universitario de Plaguicidas y Aguas, Universidad Jaume I, Castellón

\*Autor para correspondencia: Tel: 964 387366; e-mail: felix.hernandez@exp.uji.es

Uno de los principales campos de aplicación de la Química Analítica moderna consiste en evaluar la contaminación derivada de la actividad humana. El elevado número de contaminantes orgánicos, sus diferentes características físico-químicas y las bajas concentraciones normalmente presentes en las muestras analizadas, hacen que el control de estos compuestos en el medioambiente sea especialmente problemático. En la actualidad, la comunidad científica está haciendo grandes esfuerzos con el fin de desarrollar métodos para la determinación de contaminantes orgánicos, que sean fiables y con un amplio ámbito de aplicación. Los métodos analíticos pueden clasificarse en diferentes categorías dependiendo del objetivo perseguido (Sancho, 2006; Hernández, 2005): (i) métodos de cribado (*screening*), que permiten detectar (rápidamente) la presencia de uno o más compuestos, (ii) métodos cuantitativos, que proporcionan información precisa sobre la cantidad de analito que está presente en las muestras, (iii) métodos confirmatorios, que permiten confirmar inequívocamente la identidad del compuesto detectado y (iv) métodos de elucidación, que permiten descubrir la identidad de un compuesto sospechoso o desconocido.

Dentro de los contaminantes orgánicos, los plaguicidas son, posiblemente, una de las categorías que más preocupan en la actualidad debido a su amplio uso en todo el planeta y las consecuencias desfavorables sobre la salud humana y el medio ambiente. A pesar de que cada vez existen regulaciones más restrictivas, en muchos casos todavía se siguen empleando los plaguicidas de forma inadecuada, aplicando dosis mayores a las necesarias, empleando sustancias que no siempre son las idóneas, e incluso utilizando formas de aplicación incorrectas. Por ello es necesario controlar de forma rigurosa la presencia de este tipo de sustancias en el medio ambiente, con especial énfasis en las aguas, por la importancia que tienen en nuestra calidad de vida.

El análisis de plaguicidas a nivel de residuos resulta complicado debido a la gran diversidad en sus propiedades físico-químicas, a la complejidad de algunas de las matrices objeto de estudio y a los bajos niveles permiti-

dos por la legislación, normalmente del orden de sub  $\mu\text{g/L}$ . Se requieren métodos muy sensibles y específicos, usando técnicas analíticas avanzadas, normalmente basadas en acoplamientos instrumentales, como una alternativa a los métodos más convencionales que precisan de complejos y tediosos tratamientos de muestra. Esta metodología analítica moderna permite un alto grado de automatización del procedimiento analítico global y un mayor grado de fiabilidad, tanto desde el punto de vista cualitativo como cuantitativo.

La técnica más aplicada para la determinación de residuos de plaguicidas es sin lugar a dudas, la cromatografía de gases (GC). En los años 60, esta técnica revolucionó el análisis de residuos de plaguicidas (ARP) debido a su elevada sensibilidad, selectividad y a la posibilidad de separación de un gran número de compuestos simultáneamente, surgiendo así los primeros métodos multiresiduo de análisis. Sin embargo, los métodos basados en GC presentan algunas desventajas, como por ejemplo un mayor tratamiento de muestra derivado de la imposibilidad de inyección directa en el caso de muestras acuosas; este tratamiento conlleva normalmente un cambio de disolvente además de un proceso de preconcentración con el fin de alcanzar la sensibilidad requerida. Por otro lado, la incompatibilidad de algunos analitos con la técnica de GC, debido a su inestabilidad térmica, baja volatilidad y/o alta polaridad, hace que muchos plaguicidas no estén incluidos en los métodos multiresiduo al no poder determinarse fácilmente por GC.

Fue precisamente la dificultad de determinar compuestos muy polares por GC, lo que impulsó el uso de la cromatografía líquida (LC), que tradicionalmente se ha acoplado a detectores clásicos de ultravioleta-visible (UV-vis) o fluorescencia (FD). Estos detectores tienen una limitada aplicación en ARP debido a su baja sensibilidad (sobre todo en el caso de detectores UV) y poca especificidad, y a que no aportan información estructural.

Hoy en día, es indiscutible el papel relevante que juegan las técnicas acopladas cromatografía-espectrometría de masas (MS) en la determinación de contaminantes

orgánicos en todo tipo de muestras. En los últimos años, al igual que la GC, la LC se ha acoplado a MS, como sistema de detección más importante (LC-MS), implantándose también MS en tándem (LC-MS/MS). Con esta técnica se han solventado muchos de los problemas existentes en GC-MS y LC-UV, siendo posible, por ejemplo, determinar ciertos plaguicidas mediante inyección directa de muestras acuosas. En el caso de ser necesaria una etapa de preconcentración, el tratamiento más habitual es la extracción en fase sólida (SPE) o la extracción líquido-líquido (LLE). Aunque inicialmente se utilizó la LLE, actualmente se prefiere la SPE como técnica de preconcentración debido, principalmente, a la posibilidad de una completa automatización (especialmente en preconcentración en línea) y al menor volumen de disolventes empleado.

Los analizadores de masas normalmente utilizados en LC, cuadrupolo (Q), triple cuadrupolo (QqQ) o trampa de iones (IT), son adecuados para la cuantificación de un número preseleccionado de analitos (*target analysis*) y suelen ser usados en métodos que permiten el cribado y cuantificación simultánea de unos pocos compuestos. La mayoría de los esfuerzos de los químicos analíticos se han centrado principalmente en estos dos aspectos. Sin embargo, existen pocos métodos publicados que aborden la problemática de la confirmación inequívoca de los compuestos detectados o la identificación de posibles contaminantes no incluidos en los métodos aplicados.

En este artículo se comenta el potencial de LC-MS con analizadores de QqQ y cuadrupolo-tiempo de vuelo en el ARP en aguas, explotando los aspectos relativos al cribado, cuantificación, confirmación y elucidación de los compuestos detectados. La discusión se centra en las aplicaciones de LC-MS en tándem usando ambos tipos de analizadores.

## CRIBADO (SCREENING)

Los métodos de cribado permiten discriminar muestras con concentraciones de residuos no detectables (muestras negativas) de aquellas en las que se detectan posibles contaminantes que, en una etapa posterior, será necesario confirmar. Idealmente deberían hacerlo de una forma rápida, fiable y con poca manipulación de muestra. Tradicionalmente se han aplicado diferentes aproximaciones basadas en técnicas de inmunoensayo, biosensores o bien en técnicas cromatográficas usando detectores tales como fotométrico de llama (FPD), de nitrógeno-fósforo (NPD), FD o UV. El uso de MS mejora la aplicabilidad de los métodos de cribado pues permite incluir un

elevado número de compuestos orgánicos de diferentes familias químicas. En este sentido, la elevada sensibilidad alcanzada por el QqQ en el modo *Selected Reaction Monitoring* (SRM) hace que sea ideal para este tipo de aplicaciones aunque el número de analitos incluidos en los métodos viene limitado por las especificaciones técnicas de los equipos utilizados. Sin embargo, el número de compuestos orgánicos que potencialmente pueden contaminar el medio ambiente es muy alto, por lo que, con toda seguridad, algunos contaminantes no serán incluidos en los análisis. Por ello, se requiere el desarrollo de métodos de cribado poderosos y fiables, con técnicas analíticas avanzadas, que incluyan el mayor número posible de contaminantes orgánicos. Idealmente, deberían ser, además, capaces de detectar posibles compuestos no incluidos en los análisis.

La aparición de analizadores de tiempo de vuelo (TOF) abre un nuevo escenario analítico en el desarrollo de métodos de cribado debido a la posibilidad de llevar a cabo adquisiciones en modo de barrido completo con masa exacta y con mayor resolución y sensibilidad en comparación con otros analizadores de MS. Por ello, no es necesario predefinir la masa específica del contaminante antes del análisis, con lo que los analitos pueden ser seleccionados después de la adquisición de los datos. Esta aproximación permite la detección, en principio, de un número ilimitado de potenciales contaminantes, sin necesidad de reanalizar las muestras. De este modo, el número de analitos incluidos en el método de cribado vendría limitado solamente por las propias limitaciones del instrumento, es decir, sólo aquellos compuestos sin el adecuado comportamiento cromatográfico o sin la adecuada ionización en MS quedarían excluidos. Esta aproximación presenta una limitación, que es la menor sensibilidad del TOF respecto al QqQ trabajando en modo SRM, lo que dificulta la detección de analitos a niveles de sub  $\mu\text{g/L}$ .

## CUANTIFICACIÓN

En cuanto al análisis cuantitativo, las características de los métodos LC-MS/MS con analizadores de QqQ son excelentes en términos de sensibilidad, selectividad y rango lineal, con límites de cuantificación típicos del orden de 0.01-0.05  $\mu\text{g/L}$  en el caso de aguas (Ibáñez et al, 2005a; Marín et al, 2006; Liu et al, 2006), lo que los hace muy adecuados para la cuantificación de residuos. La aplicación del (Q)TOF en la cuantificación de residuos de plaguicidas sigue siendo limitada, debido a su bajo rango lineal de respuesta, normalmente menor de 2 órdenes de magnitud.

En general es preferible utilizar una etapa de preconcentración/purificación automatizada, como por ejemplo la SPE. Esta técnica permite reducir los interferentes de la matriz, mejorando asimismo la sensibilidad del método, minimizando tanto la limpieza del equipo instrumental como los errores asociados al tratamiento de muestra, sin necesidad de aumentar considerablemente el tiempo de análisis. La preconcentración en línea SPE-LC es fácilmente automatizable y es una excelente aproximación con fines cuantitativos en el ARP en aguas. Sin embargo, en algunos casos, dependiendo de la combinación matriz-analito, también se pueden preconcentrar algunos interferentes, dificultando la cuantificación.

La cuantificación es uno de los aspectos más críticos a la hora de asegurar la calidad de los resultados obtenidos mediante cualquier técnica. Con algunos detectores como los basados en UV, es relativamente frecuente que los componentes de la matriz también absorban en la misma zona de longitud de onda que el analito, especialmente en muestras de matriz compleja. Algo análogo ocurre con detectores de simple cuadrupolo. Sin embargo, en LC-MS/MS los posibles interferentes de la matriz, aunque pudieran tener la misma masa nominal que el analito, no suelen compartir las mismas transiciones y, por lo tanto, normalmente sólo aparece un pico en el cromatograma perteneciente a la molécula de interés. Pero, en algunos casos, cuando se comparan las áreas correspondientes a los picos obtenidos para patrón y para muestra fortificada al mismo nivel, se puede observar la falta de concordancia entre las mismas. Ello es debido a la presencia de interferentes en la matriz, invisibles en la detección ya que no comparten la misma transición que el analito, pero que afectan a la ionización de éste haciendo que la respuesta sea distinta en ausencia o presencia de la matriz. Aunque normalmente el resultado de estos efectos es una menor respuesta para el analito cuando la matriz está presente, también puede producirse el efecto contrario, es decir, una exaltación de la señal. En todo caso, las consecuencias del efecto matriz se traducen en importantes errores en la cuantificación. El efecto matriz depende de las características físico-químicas del analito (acidez o basicidad), de la interfase utilizada y especialmente de las características de los interferentes que eluyan de la columna al mismo tiempo de retención que el analito (Sancho et al, 2002; Djikman et al, 2001). Debido a la importancia del efecto matriz en la cuantificación resulta necesario eliminarlo o, al menos, minimizarlo con el fin de que los errores cometidos sean aceptables. Para ello, se han propuesto varias alternativas que se basan en la compensación de este efecto (teniéndolo en cuenta a la hora de la cuantificación) o en la eliminación de los interferentes. Las más utilizadas son las siguientes:

**a) Uso de patrones internos:** Para que un patrón interno (IS) pueda corregir el efecto matriz, su ionización debe verse afectada por los mismos interferentes y del mismo modo que el analito. Para ello, el IS tiene que presentar una estructura química y un tiempo de retención similares a los del analito. Por lo tanto, el IS ideal será el mismo analito marcado isotópicamente. Las limitaciones más importantes a la hora de utilizar estos compuestos marcados como IS son su disponibilidad comercial, alto precio, así como la dificultad de aplicación en métodos multiresiduo. Esto es debido a que el efecto matriz experimentado por un analito depende en buena medida del tiempo de retención al que eluye (Kienhuis et Geerdink, 2000), por lo tanto, cada uno de los analitos que va eluyendo secuencialmente de la columna puede verse afectado por un efecto matriz distinto. Ello obliga a utilizar tantos IS (analitos marcados) como analitos existan en el método multiresiduo si se quiere asegurar una adecuada corrección. Incluso aunque se utilicen compuestos estructuralmente análogos como IS no se tiene la seguridad de que la corrección sea adecuada en métodos LC-MS/MS, lo cual ha sido reconocido ampliamente en la literatura científica (Sancho et al, 2002; Lagerwerf et al, 2000). A pesar de todas estas limitaciones, el uso de patrones internos (isotópicamente marcados si están disponibles) es el método de corrección del efecto matriz más aconsejable, siempre que sea posible, ya que minimiza la etapa de pretratamiento de muestra (Olsson et al, 2003, 2004).

**b) Calibrado en matriz:** Cuando no es posible disponer de un patrón interno adecuado, se puede conseguir un objetivo semejante realizando la cuantificación mediante calibrados en matriz de muestra blanco. En este caso, todos los analitos sufren el efecto matriz, incluidos los patrones usados para la calibración y, por lo tanto, la cuantificación se realiza teniendo en cuenta este efecto. Sin embargo, esta aproximación presenta algunas limitaciones que la hacen inviable, especialmente en muestras ambientales como suelos o aguas, ante la imposibilidad de obtener blancos representativos debido a las diferencias que existen en la composición de las distintas muestras analizadas.

**c) Dilución:** Una solución sencilla consiste en eliminar o minimizar el efecto matriz mediante dilución de la muestra. Al diluir la muestra con el solvente en que están preparados los patrones, disminuye la concentración de interferentes presentes en la matriz y por tanto las muestras se pueden llegar a hacer comparables con los patrones, en cuanto a su respuesta en LC-MS (Hernández et al, 2003).

**d) Pretratamiento de muestra:** También se puede minimizar el efecto matriz mediante la aplicación de una etapa de purificación de la muestra, como por ejemplo SPE o LLE. Uno de los principales inconvenientes que presenta esta aproximación es el tiempo que se consume en esta operación. Por otro lado, el mayor tratamiento de muestra puede aumentar la posibilidad de errores por pérdidas de analito, por contaminación de la muestra o por preconcentración de interferentes. Una posibilidad de eliminar el efecto matriz sin algunos de los inconvenientes mencionados en cuanto a pretratamiento de muestra es la realización de un proceso automatizado. En este contexto destaca la LC con columnas acopladas, como por ejemplo LC-LC o SPE-LC (Hernández y Sancho, 2004b; Hogendoorn et al, 1993). Como ya se ha comentado, estos procesos permiten la purificación automatizada del extracto así como mejorar la sensibilidad del método sin invertir tanto tiempo como en las técnicas de purificación convencionales. Así, dado que la etapa de análisis de una muestra se solapa con la etapa de purificación de la siguiente, no es necesario evaluar el tiempo invertido en la purificación a la hora de estimar el tiempo global de análisis. En cuanto al volumen de muestra utilizado, varía desde unos pocos  $\mu\text{L}$  (modalidad LC-LC) hasta unas decenas de mL (modo SPE-LC).

**e) Método de adiciones estándar:** Esta sería otra alternativa a la hora de cuantificar correctamente muestras con un importante efecto matriz. Sin embargo, su principal limitación es el mayor número de inyecciones a realizar por muestra, así como la necesidad de preveer el nivel esperado de residuo para realizar las adiciones correctas. Además, esta previsión debería realizarse para cada uno de los analitos considerados.

## CONFIRMACIÓN

Además de un cribado para discriminar entre muestras positivas y negativas, la confirmación de la identidad de contaminantes orgánicos es motivo de preocupación en el campo medioambiental debido a los efectos indeseables asociados a confirmaciones erróneas, es decir, el hecho de reportar falsos positivos o falsos negativos. Por ello, son necesarios métodos fiables que permitan no sólo la correcta cuantificación de compuestos diana, sino también, e incluso más importante, su inequívoca confirmación. Idealmente, la confirmación debe ser objetiva y segura, requiriéndose por lo tanto, normas de confirmación predefinidas, rigurosas y eficientes. La medida de tres iones se ha considerado tradicionalmente como una buena opción para la confirmación de contaminantes orgánicos por GC-MS usando EI como fuente de ionización. Sin embargo, la irrupción de las técnicas LC-MS y

LC-MS/MS con interfases a presión atmosférica (API) obliga a reconsiderar los requisitos de confirmación. Existen algunas guías que consideran los diferentes tipos de ionización y/o modos de barrido, tales como las desarrolladas por la WADA, FDA, o la Unión Europea. Uno de los criterios más detallados es el propuesto por la Unión Europea para la confirmación de aditivos y contaminantes en muestras de alimentos de origen animal (Decisión 2002/657/EC), donde la confirmación se basa en la acumulación de puntos de identificación (IP), y el número de IPs alcanzado depende de la resolución del instrumento y la estrategia de MS utilizada (**Tabla 1**).

**Tabla 1.** Relación entre las distintas técnicas MS y sus IPs asociados

Técnica MS	IPs obtenidos por cada ion
MS de baja resolución (LR)	1.0
LR-MSn ion precursor	1.0
LR-MSn ion producto	1.5
MS de alta resolución (HR)	2.0
HR-MSn ion precursor	2.0
HR-MSn ion producto	2.5

Un laboratorio puede emplear cualquier técnica espectrométrica molecular o combinación de las mismas, con el fin de obtener el mínimo número de IPs necesario para la confirmación de un compuesto. Para confirmar la identidad de sustancias prohibidas por la ley se requiere un mínimo de 4 IPs mientras que para aquellos compuestos que están regulados se requieren 3 IPs. Cabe indicar que la sola presencia de los iones seleccionados para un compuesto no es suficiente, ya que para alcanzar la confirmación satisfactoria de su identidad, se ha de medir, al menos, una relación de intensidad para los iones seleccionados (ion ratio). Esta relación iónica tiene que coincidir con la obtenida para un patrón de concentración similar a la de las muestras supuestamente positivas, de acuerdo con unas tolerancias especificadas en función de su intensidad relativa, y que se detallan en la **Tabla 2**.

**Tabla 2.** Tolerancias máximas permitidas en la medida de relaciones iónicas para la confirmación de compuestos en muestras de origen animal

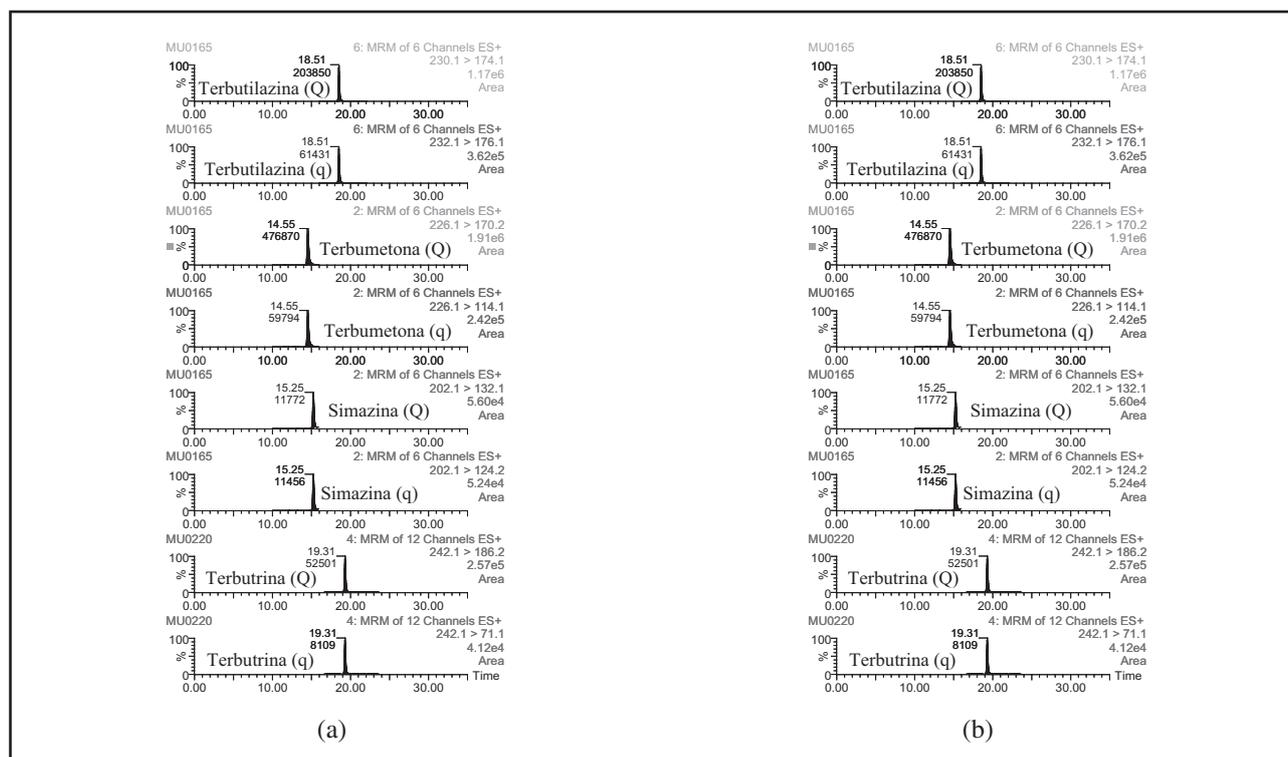
Intensidad relativa	GC-EI-MS	Otras técnicas
>50%	$\pm 10\%$	$\pm 20\%$
>20-50%	$\pm 15\%$	$\pm 25\%$
>10-20%	$\pm 20\%$	$\pm 30\%$
< 10%	$\pm 50\%$	$\pm 50\%$

Aunque estos criterios se han establecido para la determinación de compuestos orgánicos en muestras de origen animal, muchos autores están aplicándolos a otros campos como el ambiental, debido a la falta de guías o directrices (Hernández et al, 2004).

En el caso de instrumentos de QqQ, la manera más sencilla de confirmar un positivo es la adquisición de dos transiciones selectivas para cada analito en modo SRM (**Figura 1**) y la medida de la relación de abundancias entre ellas (**Tabla 3**). En este caso, se obtendrían 4 IPs (1 ion precursor y 2 iones producto) o 5 IPs (2 iones pre-

cursores y 2 iones producto). Sin embargo, la adquisición de dos transiciones puede generar algunos problemas debido a la disminución del tiempo de adquisición de cada transición o del número de puntos obtenidos por pico, siendo necesario alcanzar un compromiso entre sensibilidad y definición del pico. Otra solución consistiría en realizar dos inyecciones: en la primera se adquiriría una sola transición por compuesto, lo que permitiría descartar las muestras negativas, mientras que en la segunda se confirmaría la presencia o no del analito, añadiendo transiciones adicionales. En cualquier caso, es siempre necesario preseleccionar las transiciones que se van a medir (ion shopping).

**Figura 1.** Análisis realizado por SPE-LC-MS/MS (QqQ). Confirmación de los plaguicidas detectados en una muestra de agua subterránea procedente de Carcaixent (Volumen de inyección = 2 mL): (a) muestra y (b) patrón. (Q) transición de cuantificación y (q) transición de confirmación.



**Tabla 3.** Resultados obtenidos en la confirmación por LC-MS/MS (QqQ) de plaguicidas detectados en una muestra de agua.

Compuesto	(Q/q) patrón	(Q/q) muestra	Concentración muestra ( $\mu\text{g/L}$ )	Desviación (%)
Terbutilazina	3.26	3.34	0.39	+2.45
Terbumetona	7.94	7.9	0.89	-0.5
Simazina	1.05	1.02	0.07	-2.85
Terbutrina	6.58	6.3	0.02	-4.2

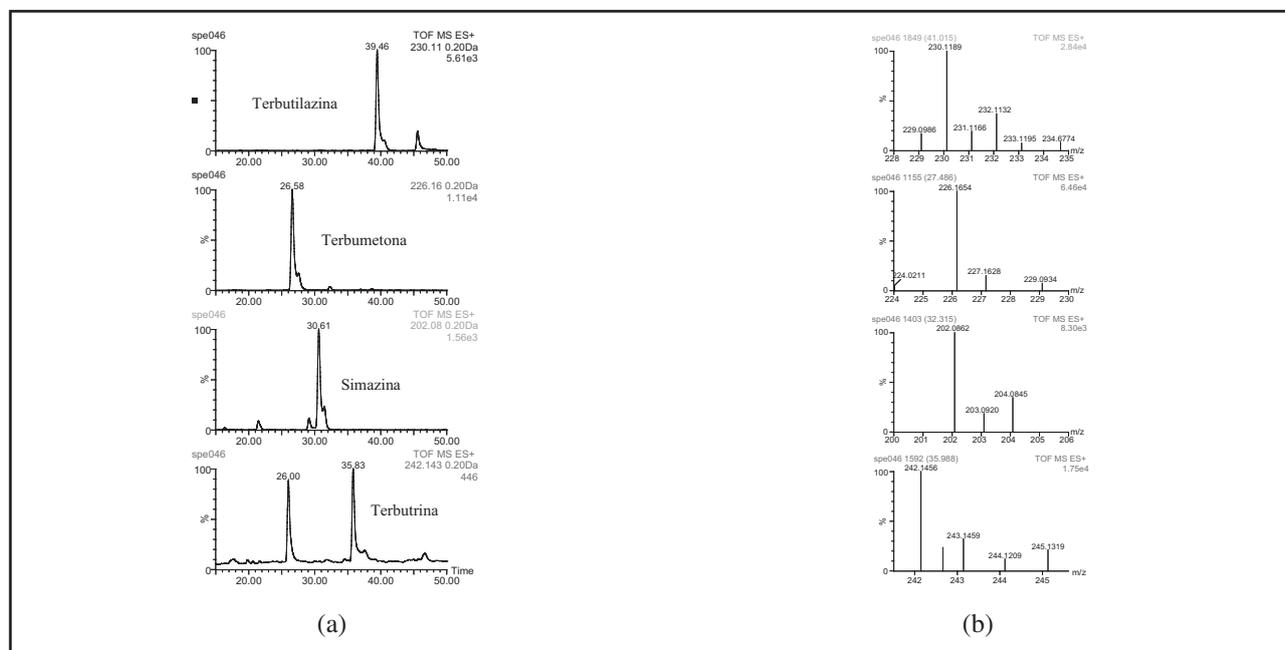
En cuanto al empleo de analizadores TOF en la confirmación de contaminantes orgánicos, hay que tener en cuenta que el uso de la masa exacta como herramienta de confirmación no está explícitamente mencionado en la legislación, ya que los IPs son asignados en función de la resolución del analizador utilizado. Así, un ion medido con MS de alta resolución daría el doble de IPs que uno obtenido con baja resolución. Nuestro grupo de investigación propuso recientemente un criterio alternativo para la asignación de IPs en función de la exactitud de masa más que en el poder de resolución (Hernández et al, 2004). Aunque en general, se aceptan como medidas de masa exacta aquellas con errores inferiores a 2 mDa, un error ligeramente superior a 2 mDa todavía proporciona suficiente

confianza si lo comparamos con analizadores de masa de baja resolución. Así pues, cuando los analizadores TOF presenten errores inferiores a 2 mDa, se les asignarían 2 IPs por ion; si el error de masa se encuentra entre 2 y 10 mDa, se asignarían 1.5 IPs por ion; finalmente, con errores superiores a 10 mDa, se asignaría un único IP (**Tabla 4**). En general, será necesaria la adquisición de, al menos, dos iones junto con la medida de la relación de abundancia entre ellos para obtener una confirmación adecuada de la identidad del analito (4 ó 3 IPs en función del error de la medida de masa). Sin embargo, hay que tener en cuenta que la adquisición de más de un ión sólo será posible para compuestos con una distribución isotópica favorable o con una fácil fragmentación en la fuente.

**Tabla 6.** Confirmación del herbicida terbutilazina (ion precursor m/z 230) por LC-QTOF MS detectado en una muestra de agua subterránea.

Pérdida	m/z teórica	m/z experimental	Error (mDa)
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$	174.0546	174.0576	3
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{CH}_2=\text{CH}_2$	146.0233	146.0241	0.8
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{NH}_2-\text{CN}$	132.0329	132.0352	2.3
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{NH}_2-\text{CN}$ $-\text{CH}_2=\text{CH}_2$	104.0015	104.0023	0.8
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{NH}_2-\text{CN}$ $-\text{HCl}$	96.0562	96.0577	1.5
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{NH}_2-\text{CN} (\times 2)$ $-\text{CH}_2=\text{CH}_2$	79.0063	79.0054	-0.9

En la **Figura 2** se muestra la confirmación de la terbutilazina, terbumetona, simazina y terbutrina en un agua subterránea mediante TOF MS.



**Figura 2.** Confirmación mediante SPE-LC-TOF MS de la presencia de terbutilazina, terbumetona, simazina y terbutrina en una muestra de agua subterránea (a) eXtracted Ion chromatogram (XIC) a la m/z correspondiente y (b) espectro combinado del pico obtenido

En la **Tabla 5** se muestran las masas exactas experimentales para estos cuatro herbicidas así como los errores obtenidos.

**Tabla 5.** Resultados obtenidos en la confirmación por LC-TOF MS de plaguicidas detectados en una muestra de agua subterránea

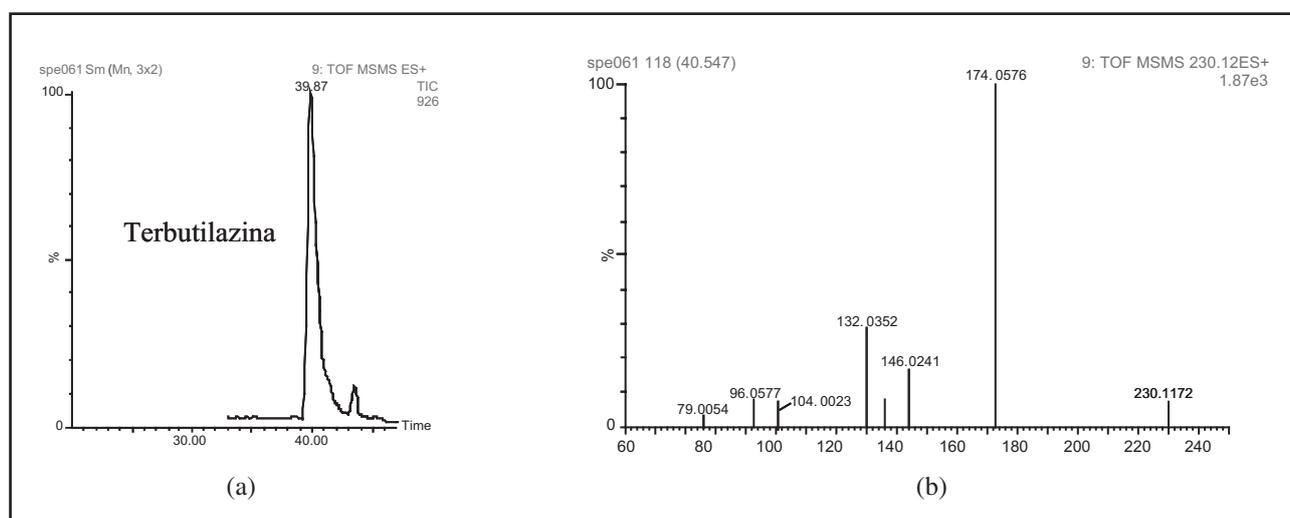
Compuesto	Fórmula	m/z teórica [M+H] <sup>+</sup>	m/z exper. [M+H] <sup>+</sup>	Error (mDa)	Conc. muestra (µg/L)
Terbutilazina	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> N <sub>5</sub> Cl	230.1172	230.1189	1.7	0.39
	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> N <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sup>a</sup>	232.1132	232.1132	0	
Terbumetona	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> N <sub>5</sub> O	226.1668	226.1654	-1.4	0.89
	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> N <sub>5</sub> O <sup>b</sup>	170.1042	170.1065	2.3	
Simazina	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> N <sub>5</sub> Cl	202.0859	202.0862	0.3	0.07
	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> N <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sup>a</sup>	204.0831	204.0845	1.4	
Terbutrina	C <sub>10</sub> H <sub>19</sub> N <sub>5</sub> S	242.1459	242.1456	0.3	0.02
	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> N <sub>5</sub> S <sup>b</sup>	186.0813	186.0816	0.3	

<sup>a</sup> Masa del pico isotópico correspondiente a M+2

<sup>b</sup> Masa de un fragmento producido en la fuente

En términos de análisis confirmatorio el analizador híbrido QTOF es todavía más poderoso, pues permite la preselección de un ión precursor y la posterior adquisición del espectro completo de sus iones producto con elevada exactitud de masa, siendo actualmente una de las técnicas más valiosas para el análisis cualitativo (Stolker et al, 2004). A modo de ejemplo, en la **Figura 3** se muestra el espectro MS/MS de la terbutilazina. En el proceso de confirmación por QTOF, tanto la masa exacta (**Tabla 6**) como la intensidad relativa de todos los iones producto disponibles de una muestra pueden ser comparados con

los correspondientes a patrones (**Tabla 7**). El número de IPs obtenido en QTOF suele ser mucho más elevado que el mínimo requerido, y la confirmación de la identidad del analito puede considerarse como inequívoca y definitiva (Hernández et al, 2004). En este sentido, aunque algunos autores han usado LC-TOF para la confirmación de la identidad del analito basándose en la medida de la masa exacta de un único ión (Benotti et al, 2003), esta confirmación podría ser insuficiente, siendo más adecuada la confirmación por QTOF (Hernández et al, 2004; Pozo et al, 2006; Stolker et al, 2004).



**Figura 3.** Confirmación mediante SPE-LC QTOF MS de la presencia de terbutilazina (ion precursor  $m/z$  230) en una muestra de agua subterránea. (a) Cromatograma en modo MS/MS; (b) Espectro combinado del pico obtenido.

**Tabla 6.** Confirmación del herbicida terbutilazina (ion precursor  $m/z$  230) por LC-QTOF MS detectado en una muestra de agua subterránea.

Pérdida	$m/z$ teórica	$m/z$ experimental	Error (mDa)
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$	174.0546	174.0576	3
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{CH}_2=\text{CH}_2$	146.0233	146.0241	0.8
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{NH}_2\text{-CN}$	132.0329	132.0352	2.3
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{NH}_2\text{-CN}$ $-\text{CH}_2=\text{CH}_2$	104.0015	104.0023	0.8
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{NH}_2\text{-CN}$ $-\text{HCl}$	96.0562	96.0577	1.5
$-(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$ $-\text{NH}_2\text{-CN (x2)}$ $-\text{CH}_2=\text{CH}_2$	79.0063	79.0054	-0.9

**Tabla 7.** Desviaciones en las relaciones iónicas obtenidas en la confirmación del herbicida terbutilazina detectado en una muestra de agua subterránea.

Ion	m/z	Abundancia		
		Patrón	Muestra	Desviación(%)
C <sub>5</sub> H <sub>9</sub> N <sub>3</sub> Cl	174.0546	100	100	-
C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> N <sub>3</sub> Cl	146.0233	24.1	25.8	7.0
C <sub>4</sub> H <sub>7</sub> N <sub>3</sub> Cl	132.0329	35.7	32.1	10.1
C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> N <sub>3</sub> Cl	104.0015	11.6	9.1	21.5
C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> N <sub>3</sub>	96.0562	15.6	13.4	14.1
CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> Cl	79.0063	6.2	5.4	12.9

La confirmación de microcontaminantes orgánicos en muestras medioambientales por LC-MS/MS con analizadores QqQ y (Q)TOF ha sido ampliamente estudiada por nuestro grupo de trabajo (Pozo et al, 2006). A modo de resumen, en la **Figura 4** se muestra un esquema ilustrativo de la estrategia propuesta. Así, una posible muestra positiva puede ser confirmada tanto por QqQ como por QTOF. En el caso de instrumentos QqQ se considera que para una confirmación segura es necesario como mínimo dos transiciones junto con la medida del tiempo de retención y de la relación de intensidades. La confirmación puede ser considerada como definitiva si ambas transiciones (Q,q) son suficientemente específicas y su relación de abundancias (Q/q) está en concordancia con la del patrón. Además, si una de las dos transiciones SRM no muestra señal, la muestra puede ser considerada como negativa sin necesidad de obtener información adicional. Sin embargo, existe la posibilidad de reportar falsos positivos, si se adquieren transiciones poco específicas, o también falsos negativos, cuando un interferente comparte una de las transiciones con el analito, lo cual modificaría

la relación iónica esperada. En ambos casos, la solución más rápida y efectiva consiste en adquirir todas las transiciones disponibles. En nuestra opinión, es aconsejable llevar a cabo esta aproximación siempre que sea posible. Si aún así la confirmación resultase dudosa, una mejora de la eficacia cromatográfica ayudaría en el proceso de confirmación al resolver los picos de las interferencias y del analito.

En cuanto a la confirmación mediante QTOF, la posibilidad de reportar falsos positivos es extremadamente baja y normalmente un positivo confirmado por esta técnica puede ser considerado como definitivo. Sin embargo, hay algunas posibilidades de reportar falsos negativos, cuando un interferente isobárico presente en la matriz coeluya con el analito. La presencia de este tipo de compuestos puede conducir a picos adicionales en el espectro, dificultando la comparación entre el espectro de la muestra y del patrón. La manera más sencilla de evitar este problema sería, al igual que antes, mejorar la eficacia cromatográfica.

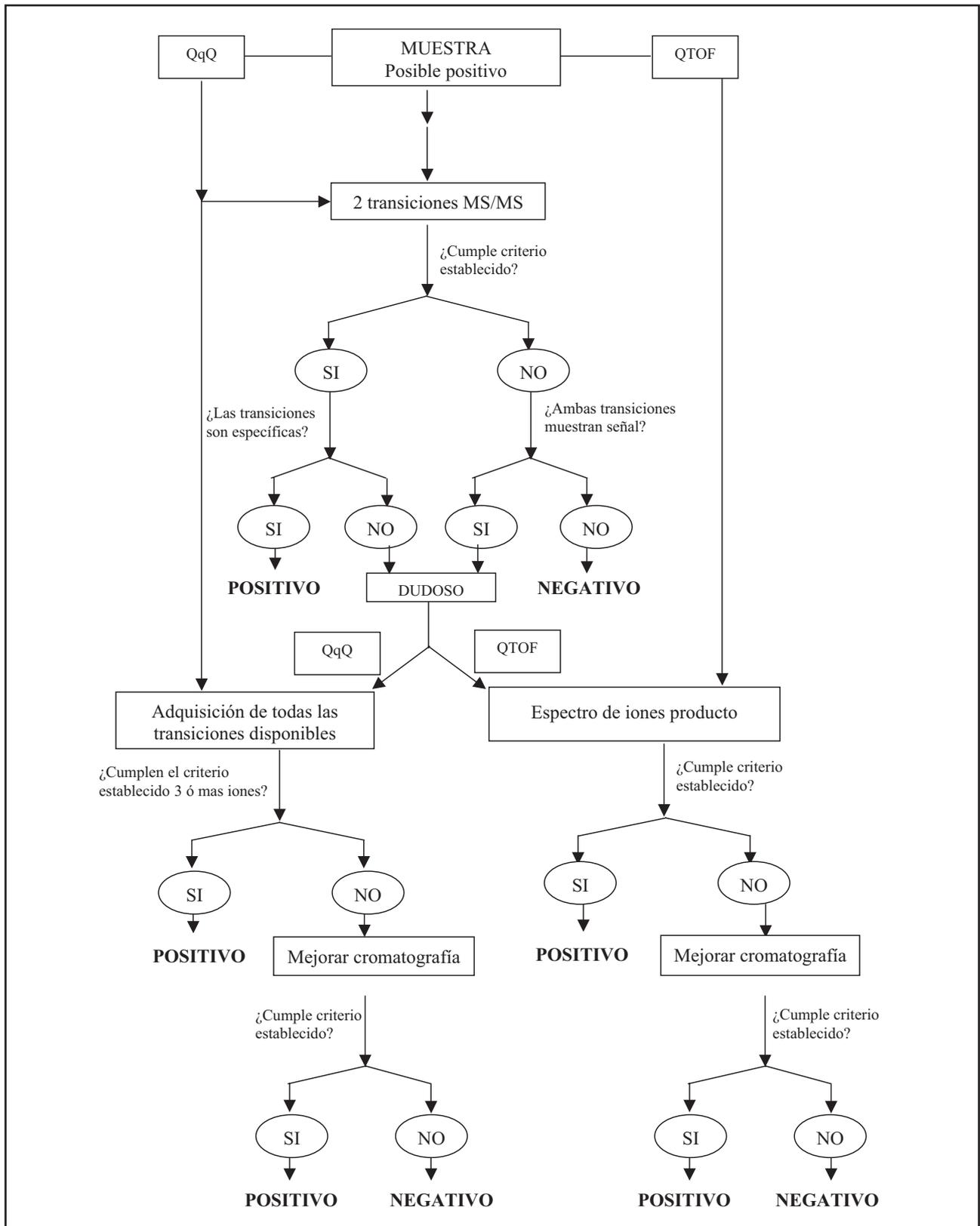


Figura 4 (modificada de Pozo et al, 2006). Estrategia propuesta para la confirmación de muestras positivas mediante LC-MS/MS (QqQ, QTOF).

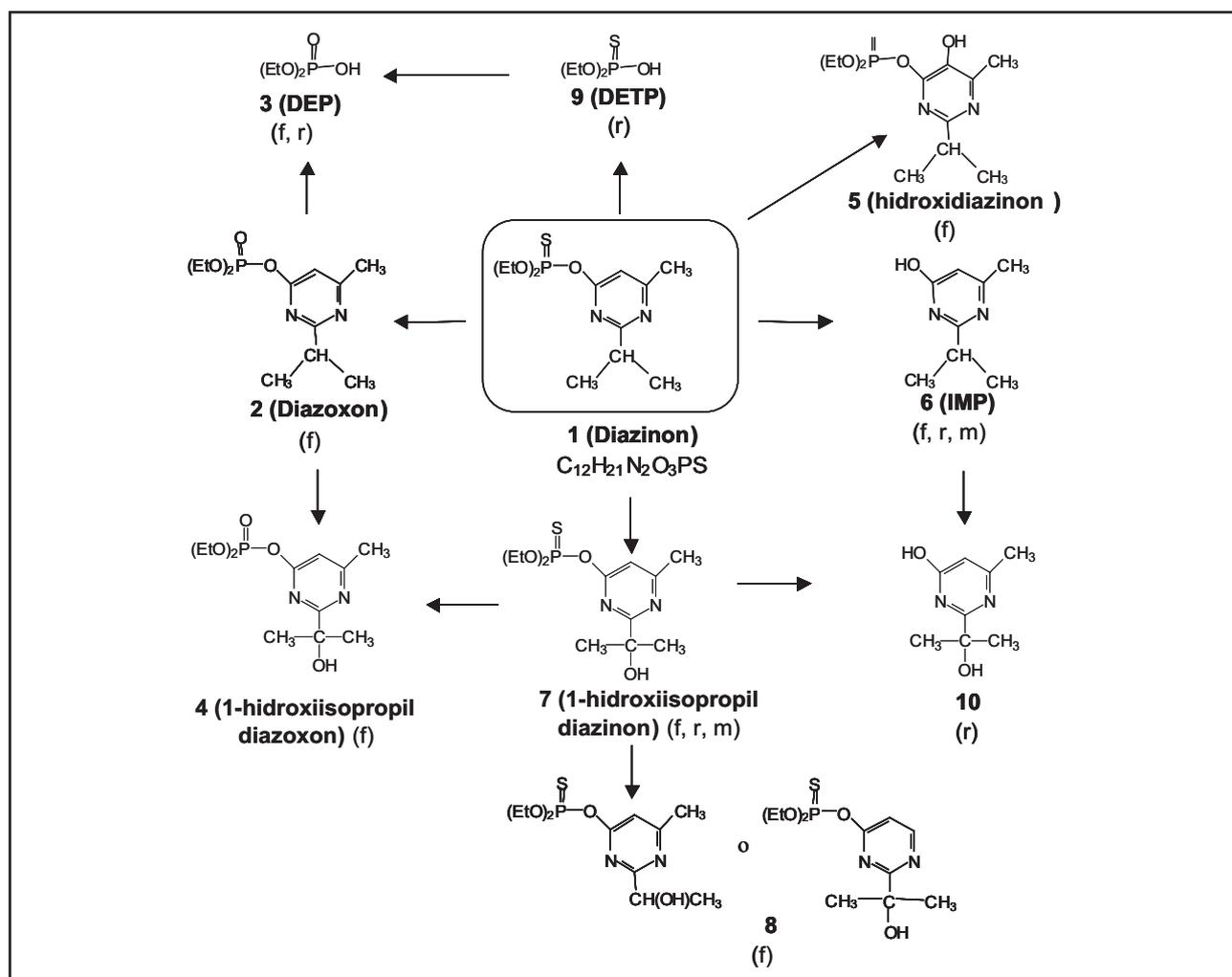
## ELUCIDACIÓN

Las especiales características de los analizadores TOF pueden ser de gran ayuda en la elucidación de compuestos desconocidos. Así, el uso de la masa exacta junto con las relaciones isotópicas observadas han sido utilizados para la elucidación de algunos metabolitos de plaguicidas (García-Reyes, 2005) ya que la fórmula molecular obtenida puede usarse para realizar búsquedas en las bases de datos, obteniendo así un número reducido de posibles estructuras. Esta aproximación no permite, sin embargo, distinguir entre isómeros. Cuando se hace uso del QTOF, la información estructural obtenida en el espectro de iones producto con masa exacta es de gran ayuda pues permite distinguir entre compuestos isoméricos. Así, el QTOF se ha utilizado para la elucidación de metabolitos de plaguicidas en muestras biológicas (Ibáñez et al, 2006)

o en estudios de fotodegradación (Detomaso et al, 2005; Ibáñez et al, 2004; Kouloumbos et al, 2005).

A modo de ejemplo, en la **Figura 5** se muestran los productos de transformación del insecticida diazinon, identificados en experiencias de fotodegradación así como en experiencias *in vitro* con microsomas e *in vivo* con ratas. Como puede verse, los principales procesos de degradación/metabolismo del diazinon consistieron en hidrólisis del grupo éster, hidroxilaciones, o combinaciones de ambos procesos.

Todos los metabolitos/productos de transformación (TPs) fueron identificados por LC-QTOF, en base a las medidas de masa exacta. En todos los casos los errores obtenidos fueron inferiores a 3 mDa (**Tabla 8**).



**Figura 5** (modificada de Ibáñez et al, 2006). Productos de transformación/metabolitos del diazinon identificados mediante LC-QTOF. Rutas de degradación propuestas. (f) TPs detectados en experimentos de fotodegradación, (r) metabolitos detectados en los experimentos *in vivo* con ratas, y (m) metabolitos detectados en experimentos *in vitro* con microsomas

**Tabla 8** (modificada de Ibáñez et al, 2006). Productos de transformación/metabolitos del diazinon identificados por LC-QTOF. Medidas de masa exacta y errores de masa para los compuestos propuestos.

Compuesto	t ret (min)	Modo de ionización	Composición elemental [M+H] <sup>+</sup> / [M-H] <sup>-</sup>	Masa teórica M+H <sup>+</sup> / [M-H] <sup>-</sup>	Desviación (mDa)		
					fotodegradación <sup>a</sup>	in vivo <sup>a</sup>	in vitro <sup>b</sup>
<i>I</i> (plaguicida)	25.3	ESI+	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PS	305.1089	-0.8	2.6	1.0
2	22.3	ESI+	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> P	289.1317	-0.9	-	-
3	11.9	ESI-	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> P	153.0317	-0.3	-1.1	-
4	20.3	ESI+	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub> P	305.1266	0.1	-	-
5	23.1	ESI+	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> PS	321.1038	0.3	-	-
	23.1	ESI-	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> PS	319.0882	-1.0	-	-
6	13.7	ESI+	C <sub>8</sub> H <sub>13</sub> N <sub>2</sub> O	153.1028	-0.2	-2.0	1.5
		ESI-	C <sub>8</sub> H <sub>11</sub> N <sub>2</sub> O	151.0872	-	-1.0	-
7	23.7	ESI+	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> PS	321.1038	2.7	0.4	-0.5
8	22.3	ESI+	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> PS	307.0881	-0.4	-	-
9	24.5	ESI-	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> PS	169.0089	-	-1.0	-
10	12.9	ESI+	C <sub>8</sub> H <sub>13</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	169.0977	-	2.9	-
		ESI-	C <sub>8</sub> H <sub>11</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	167.0821	-	-0.6	-

<sup>a</sup> Datos obtenidos tras 24 horas de exposición

<sup>b</sup> Datos obtenidos tras 2.5 horas de incubación

Aunque la técnica LC-QTOF MS es una de las más poderosas en la actualidad para la elucidación de metabolitos de todo tipo de contaminantes orgánicos, puede dar lugar a intentos fallidos en el caso de indentificación de desconocidos debido principalmente a la ausencia de una posible fórmula molecular en las bases de datos disponibles, haciendo que la asignación de una estructura concreta sea casi imposible en muchos casos. Esto hace que la elucidación de contaminantes orgánicos en muestras medioambientales sea especialmente problemática (Ibáñez et al, 2005b; Bobeldijk et al, 2001), y todavía más cuando no hay ninguna fragmentación específica en la molécula del compuesto investigado (These et al, 2004). La identificación de contaminantes orgánicos desconocidos (non target) en muestras ambientales es, sin duda, uno de los mayores y más complejos retos que tenemos los químicos analíticos en la actualidad.

En el caso de QqQ, su menor resolución (se suele trabajar con resolución unidad) junto con la menor sensibilidad en modo de barrido, comparados con los equipos de TOF, los hacen inadecuados para la elucidación estructural.

## CONCLUSIONES

Se puede concluir que el desarrollo de metodología fiable para el cribado, cuantificación, confirmación y elucidación de contaminantes orgánicos presenta dificultades específicas cuando se trata de muestras medioambientales. Particularmente en la determinación de plaguicidas en aguas, destaca la elevada sensibilidad requerida (0.025 µg/L en aguas potables, Directiva del Consejo 98/83/EC) y la falta de información analítica sobre las muestras analizadas. Por otra parte, la variabilidad en la composición de las muestras de agua dependiendo de su origen obliga a enfrentarse a una gran variedad de interferentes, que pueden encontrarse en las muestras a los bajos niveles en los que se encuentran los analitos y que podrían presentar su misma masa, dificultando el proceso de confirmación.

En general, los analizadores de QqQ son ideales para el análisis cuantitativo de moléculas objetivo debido a su elevado rango lineal así como a la buena reproducibilidad en las medidas y elevada sensibilidad en modo SRM, características que los hacen adecuados para métodos multiresiduo. Por lo que se refiere a la confirmación de positivos, este instrumento puede utilizarse de manera eficiente para la confirmación de muestras positivas siempre que existan varios iones producto. El uso de 2 transiciones SRM es una alternativa válida, siempre que

se realice una selección adecuada (ion shopping), para cuantificar/confirmar de modo simultáneo.

Por otra parte, las características de los analizadores TOF en cuanto a su alta resolución, capacidad para realizar medidas con masa exacta y elevada sensibilidad en modo scan, los hacen muy útiles en el desarrollo de metodología analítica para fines cualitativos y de elucidación de microcontaminantes orgánicos. Por lo que se refiere al cribado y la confirmación de positivos, el QTOF en su modo de barrido de iones producto presenta importantes ventajas como son la adquisición simultánea de todos los iones producto, no siendo necesario realizar ninguna preselección, y que los interferentes quasi-isobáricos no afectan siempre que existan iones producto específicos del analito a confirmar. Sin embargo, este modo de operar presenta la limitación de su menor sensibilidad, que en ocasiones impide la confirmación a bajos niveles de concentración (sub µg/L). Esta menor sensibilidad podría ser compensada mediante una preconcentración previa del extracto, aunque ello supone una mayor laboriosidad del análisis. Por otro lado, las aplicaciones de los analizadores (Q)TOF en el campo cuantitativo siguen siendo escasas a consecuencia del bajo rango dinámico de linealidad que presentan estos instrumentos en la actualidad.

Los nuevos analizadores, tales como QTRAP y ORBITRAP, así como las nuevas generaciones de QqQ y QTOF, permitirán solventar algunas de las limitaciones comentadas en este artículo, lo que seguramente incidirá en avances sustanciales en el análisis de residuos de plaguicidas en el campo medioambiental.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a Serveis Centrals d'Instrumentació Científica (SCIC) de la Universitat Jaume I el uso del QqQ Quattro LC y del espectrómetro de masas híbrido cuadrupolo-tiempo de vuelo (QTOF). Ambos equipos han sido financiados por la Unión Europea (Fondos Feder-Reino de España, Ministerio de Ciencia y Tecnología).

Este trabajo forma parte de los proyectos de investigación "Aplicación del acoplamiento cromatografía líquida-espectrometría de masas (LC-MS/MS y LC-QTOF MS) a la identificación de metabolitos de plaguicidas en muestras de interés ambiental y toxicológico" financiado por el Ministerio de Ciencia y Tecnología (Ref: BQU2003-02685) e "Identificación, cuantificación y confirmación de nuevos contaminantes (fármacos y hormonas) en muestras de aguas mediante cromatografía

líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem” financiado por Bancaixa (P1 1B2004-31).

Los autores agradecen a la Generalitat Valenciana la beca predoctoral para la formación de personal investigador concedida a M. I.

## BIBLIOGRAFÍA

- ❖ 2002/657/CE Decisión de la Comisión de 12 de Agosto de 2002, por la que se aplica la Directiva 96/23/CE del Consejo en cuanto al funcionamiento de los métodos analíticos y la interpretación de los resultados. Official Journal of the European Communities L221 (2002) pp 8-36.
- ❖ 98/83/CE del Consejo de 5 de Diciembre de 1998, relativa a la calidad de las aguas destinadas al consumo humano. Diario Oficial L330 (1998) pp 32-54.
- ❖ Benotti MJ, Lee Ferguson P, Rieger RA, Iden CR, Heine CE, Brownawell BJ; *HPLC/TOF-MS: An alternative to LC/MS/MS for sensitive and selective determination of polar organic contaminants in the aquatic environment in Liquid Chromatography/Mass Spectrometry, MS/MS and Time-of-Flight MS Analysis of Emerging Contaminants*, I. Ferrer and E.M. Thurman eds., ACS Symposium series 850 (2003) pp 109-127.
- ❖ Bobeldijk I, Vissers JPC, Kearney G, Major H, van Leerdam JA. *Screening and identification of unknown contaminants in water with liquid chromatography and quadrupole-orthogonal acceleration-time-of-flight tandem mass spectrometry*. J. Chromatogr. A (2001) 929: 63-74.
- ❖ Commission Decision SANCO/10476/2003 5 February 2004 *on quality control procedures for pesticide residues analysis*.
- ❖ Detomaso A, Mascolo G, López A. *Characterization of carbofuran photodegradation by-products by liquid chromatography/hybrid quadrupole time-of-flight mass spectrometry*. Rapid Commun. Mass Spectrom. (2005) 19: 2193-2202.
- ❖ Dijkman E, Mooibroek D, Hoogerbrugge R, Hogendoorn E, Sancho JV, Pozo O, Hernández F. *Study of matrix effects on the direct trace analysis of acidic pesticides in water using various liquid chromatographic modes coupled to tandem mass spectrometric detection*. J. Chromatogr. A 926 (2001) 113-125.
- ❖ García-Reyes JF, Ferrer I, Thurman EM, Molina-Díaz A, Fernández-Alba AR. *Searching for non-target chlorinated pesticides in food by liquid chromatography/time-of-flight mass spectrometry*. Rapid Commun. Mass Spectrom. 19 (2005) 2780-2788.
- ❖ Guidance for industry: *Mass spectrometry for confirmation of the identity of animal drugs residues*. Draft Guidance 118, Food And Drug Administration June 6, 2001.
- ❖ Hernández F, Sancho JV, Pozo O, Villaplana C, Ibáñez M, Grimalt S. *New method for the rapid determination of foseetyl aluminium residues based on liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry*. J. AOAC Int. 86 (2003) 832-838.
- ❖ Hernández F, Ibáñez M, Sancho JV, Pozo OJ. *Comparison of different mass spectrometric techniques combined with liquid chromatography for confirmation of pesticides in environmental water based on the use of identification points*. Anal. Chem. (2004) 76: 4349-4357.
- ❖ Hernández F, Sancho JV. *Multidimensional Liquid Chromatography*. Encyclopedia Analytical Science (2004b) 197-205.
- ❖ Hernández F, Pozo OJ, Sancho JV, López FJ, Marín JM, Ibáñez M. *Strategies for quantification and confirmation of multi-class polar pesticides and transformation products in water by LC-MS/MS using triple quadrupole and hybrid quadrupole time-of-flight analyzers*. Trends Anal. Chem. (2005) 24: 596-612.
- ❖ Hogendoorn EA, Brinkman UATH, Van Zoonen P. *Coupled-column reversed-phase liquid chromatography - UV analyser for the determination of polar pesticides in water*. J. Chromatogr. 644 (1993) 307-314.
- ❖ Ibáñez M, Sancho JV, Pozo OJ, Hernández F. *Use of quadrupole time-of-flight mass spectrometry in environmental analysis: elucidation of transformation products of triazine herbicides in water after UV exposure*. Anal. Chem. (2004) 76: 1328-1335.
- ❖ Ibáñez M., Pozo OJ, Sancho JV, López FJ, Hernández F. *Residue determination of glyphosate, glufosinate and AMPA in water and soil samples by liquid chromatography coupled to electrospray tandem mass spectrometry*. J. Chromatogr. A (2005a) 1081: 145-155.



# HPLC+HRGC/MS KONIK K2 Q12®



El universo de las moléculas... el mundo de KONIK  
más de 25 años de INNOVACIÓN

## la nueva dimensión en análisis molecular



**KONIK MSQ12® GC-MS**  
4-1500 amu  
Cambio rápido de fuentes



**KONIK K2® HPLC+GC**  
Multidimensional  
Patentado



**KONIK LC/MS**  
Flexibilidad total



**KONIK GC+ROBOKROM®**  
AS, HS, P&T, SPμE, THD  
Multimodal



**KROM+MASS**  
[www.konik-group.com](http://www.konik-group.com)

### BARCELONA

Av. Cerdanyola, 73, 08172 Sant Cugat, Barcelona  
T (+34) 93.590.28.40 F (+34) 93.590.28.44  
e-mail: [ventas@konik-group.com](mailto:ventas@konik-group.com)

### MADRID

Corredor José de Pasamonte, 31, L1, 28030 Madrid  
Tel. (+34) 91.328.25.26 Fax (+34) 91.328.36.54  
e-mail: [madrid@konik-group.com](mailto:madrid@konik-group.com)

### MIAMI

6065 NW, 167th St., Suite B-20, Miami, Florida 33015  
Tel. (+1) 305.557.22.12 Fax (+1) 305.556.47.21  
e-mail: [miami@konik-group.com](mailto:miami@konik-group.com)

Agentes y distribuidores en 70 países



LINEA  
COMPLETA

KONIK  
2006

Descubra las ventajas de  
todos los acoplamientos

[www.konik-group.com](http://www.konik-group.com)



EXPOQUIMIA  
2005

stands  
D836 / D838  
PABELLÓN 2

Visítenos

## KONIK MS Q12®

4-2000 amu  
Cambio rápido de fuentes

Máxima sensibilidad y resolución

El sistema combinado HRGC/HPLC+MS incorpora opcionalmente:  
Fuente para acoplamiento HRGC: permite ionización por impacto electrónico e ionización química; iones positivos y negativos. En el modo IQ (-) es el sistema más sensible del mercado.  
Fuente para acoplamiento HPLC: optimizada para ionización a presión atmosférica (API) y electrospray (ESI).  
Permite fácil análisis de péptidos y compuestos de alto peso molecular.



## KONIK ROBOKROM®

AS, HS, P&T, SPμE. Multimodal

### Flexibilidad inigualada

Sistema totalmente innovador exclusivo de KONIK. Puede configurarse a voluntad para siete modos operativos: (1) P&T: Purga y Trampa, (2) Espacio de Cabeza Estático, (3) μ-Extracción en Fase Sólida, (4) Desorción Térmica, (5) Inyección de Líquidos HRGC, (6) Inyección de Líquidos HPLC, (7) Micro-concentrador.  
Opciones: Microagitación, evaporación controlada, microdosificación, microreacción. Estación de microquímica completa (derivatización precolumna, concentración, spiking,...). Soluciones combinadas con HRGC únicas: TOGA, BTX, EPA,...



## KONIK HRGC 4000

Horno ±0.1°C / Inyector Estanco / Neumática Digital

### Máxima productividad

Cromatografía ultra-rápida: Horno de alta precisión y muy baja inercia térmica. Neumática digital (EPC y EMC). Temperatura de 25°C a 490°C en incrementos y visualización de 0.1°C.  
Inyector estanco con septum frío (sin purga de septum): garantiza la máxima integridad de la muestra para compuestos de alto y bajo peso molecular. Ahorro de gas.  
Todas las opciones de inyección disponibles para cualquier tipo de columna.  
Gama completa de detectores, inclusive masas.



## KONIK HPLC 550

6 Disolventes  
Programación Temperatura



## KONIK HPLC 550 TORRE y HPLC 600 MONOBLOQUE

Línea completa en HPLC: Isocrático, Gradientes, Biocompatible, Semi-preparativo, Iónico, etc. Detectores Fluorescencia, PDA, UV-VIS, Índice de Refracción, Conductividad, Electroquímico, Masas, EVLSD, etc. La solución óptima para su laboratorio con la mejor relación calidad/precio.

## KONIK HPLC+HRGC K2 MULTIDIMENSIONAL

Único sistema comercializado HPLC+HRGC MULTIDIMENSIONAL (patentado US,6,402,947 B1).  
Análisis de Pesticidas, PAH's, PCB's, ... por inyección directa de la muestra (aceites, concentrados, etc) en el HPLC.

### Automatización total



- Ibáñez M, Sancho JV, Pozo OJ, Niessen WMA. *Use of quadrupole time-of-flight mass spectrometry in the elucidation of unknown compounds present in environmental water*. Rapid Commun. Mass Spectrom. (2005b) 19: 1-10.
- Ibáñez M, Sancho JV, Pozo OJ, Hernández F. *Use of liquid chromatography quadrupole time-of-flight mass spectrometry in the elucidation of transformation products and metabolites of pesticides. Diazinon as a case study*. Anal. Bioanal. Chem. (2006) 384: 448-457.
- Kiehnuis PGM, Geerdink RB. *Liquid chromatography-tandem mass spectrometric analysis of surface and waste water with atmospheric pressure chemical ionisation. II. Applications*. Trends Anal. Chem. 19 (2000) 460-474.
- Kouloumbos VN, Tsipi DF, Hiskia AE, Nikolic D, van Breemen RB. *Identification of photocatalytic degradation products of diazinon in TiO<sub>2</sub> aqueous suspensions using GC/MS/MS and LC/MS with quadrupole time-of-flight mass spectrometry*. J. Am. Soc. Mass Spectrom. (2003) 14: 803-817.
- Lagerwerf FM, van Dongen WD, Steenvoorden RJJM, Honing M, Jonkman JHG. *Exploring the boundaries of bioanalytical quantitative LC-MS/MS*. Trends Anal. Chem. 19 (2000) 418-427.
- Liu F, Bischoff G, Pestemer W, Xu W, Kofoet A. *Multi-residue analysis of some polar pesticides in water samples with SPE and LC-MS/MS*. Chromatographia 63 (2006) 233-237.
- Marín J.M., Sancho JV, Pozo OJ, López FJ, Hernández F. *Quantification and confirmation of anionic, cationic and neutral pesticides and transformation products in water by on-line solid phase extraction-liquid chromatography-tandem mass spectrometry*. J. Chromatogr. A 1133 (2006) 204-214.
- Olsson AO, Nguyen JV, Sadowski MS, Barr DB. *A liquid chromatography/electrospray ionization-tandem mass spectrometry method for quantification of specific organophosphorus pesticide biomarkers in human urine*. Anal. Bioanal. Chem. 376 (2003) 808-815.
- Olsson AO, Baker SE, Nguyen JV, Romanoff LC, Udunka SO, Walker RD, Flemmen KL, Barr DB. *A liquid chromatography - tandem mass spectrometry multiresidue method for quantification of specific metabolites of organophosphorus pesticides, synthetic pyrethroids, selected herbicides, and DEET in human urine*. Anal. Chem. 76 (2004) 2453-2461.
- Pozo OJ, Sancho JV, Ibáñez M, Hernández F, Niessen WMA. *Exploring the confirmation of organic micro-pollutants findings in environmental samples by liquid chromatography tandem mass spectrometry: achievements and pitfalls*. Trends Anal. Chem. DOI: 10.1016/j.trac.2006.06.012 (2006).
- Sancho JV, Pozo OJ, López FJ, Hernández F. *Different quantitation approaches for xenobiotics in human urine samples by liquid chromatography/electrospray tandem mass spectrometry*. Rapid Commun. Mass Spectrom. 16 (2002) 639-645.
- Sancho JV, Pozo OJ, Ibáñez M, Hernández F. *Potential of liquid chromatography/time of flight mass spectrometry for the determination of pesticides and transformation products in water*. Anal. Bioanal. Chem (2006) DOI:10.1007/s00216-006-0532-0.
- Stolker AAM, Niesing W, Hogendoorn EA, Versteegh JFM, Fuchs R, Brinkman UATH. *Liquid chromatography with triple-quadrupole or quadrupole-time of flight mass spectrometry for screening and confirmation of residues of pharmaceuticals in water*. Anal. Bioanal. Chem. 378 (2004) 955.
- These A, Winkler M, Thomas C, Reemtsma T. *Determination of molecular formulas and structural regularities of low molecular weight fulvic acids by size-exclusion chromatography with electrospray ionization quadrupole time-of-flight mass spectrometry*. Rapid Commun. Mass Spectrom. 18 (2004) 1777-1786.
- WADA Technical Document TD2003IDCR version number 1.2, de 1 de enero de 2004. *Identification criteria for qualitative assays. Incorporating chromatography and mass spectrometry*.

\* \* \* \* \*

# NOTICIAS DE LA SECyTA

## LA 6ª REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA

La sexta Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (XXXV Reunión del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines), organizada por la Universidad de Vigo (Departamento de Química Analítica) y el Colegio Oficial de Químicos de Galicia, se celebró del 8 al 10 de noviembre de 2006 en el Centro Social Caixanova de Vigo.

En la Reunión, que ha contado con 187 asistentes, se han presentado 9 Conferencias Plenarias e Invitadas por científicos españoles e internacionales de elevado prestigio tales como: Dr. James Wilkins (Genentech, San Francisco, California, USA), Dra. Coral Barbas (Universidad San Pablo-CEU, Madrid, España), Dr. Francisco Tomás-Barberán (Centro de Edafología y Biología Aplicada del Segura, CSIC, Murcia, España), Dr. Juan Santiago (Stanford University, Stanford, California, USA), Dr. Jonas Bergquist (Uppsala University, Uppsala, Suecia), Dr. Freek Ariese (Vrije University, Ámsterdam, Holanda), Dra. Fátima Alpendurada (University of Porto/IAREN, Porto, Portugal), Dr. Jacob de Boer (Vrije University, Ámsterdam, Holanda) y Dr. Peter Schoenmakers (University of Ámsterdam, Ámsterdam, Holanda). Se han presentado, asimismo, 29 Comunicaciones Orales, 120 Comunicaciones en forma de Póster y 3 Presentaciones Comerciales. Estas comunicaciones se han repartido en nueve sesiones paralelas, dedicadas a temáticas tan diversas como Análisis de Alimentos, Análisis Farmacéutico, Análisis Biomédico, Análisis Medioambiental, Aspectos Instrumentales, Fundamentos, Quimiometría, Nuevas Tendencias y Miniaturización.

Los patrocinadores de esta Reunión han sido:

- Ministerio de Educación y Ciencia
- Xunta de Galicia (Consellería de Educación e Ordenación Universitaria)
- Deputación de Pontevedra
- Concello de Vigo
- Consejo Superior de Investigaciones Científicas
- Caixanova
- Empresas Comerciales: Waters, Thermo Electrón Corporation, Carbuos Metálicos, Agilent Technologies, Teknokroma, Varian, Bruker Daltonics, Leboriz C.B., Applied Biosystems,

Perkin Elmer, Scharlab, S.L., OK Lab Científica, Konik-Tech., Sargadelos Baiona (Pontevedra).

Para la asistencia a este congreso la SECyTA ha concedido 40 becas de inscripción y ayuda para viaje a otros tantos jóvenes investigadores, socios de la SECyTA y se ha concedido el premio “José Antonio García Domínguez” (2ª convocatoria), patrocinado por Varian, a la mejor comunicación póster presentada. El póster ganador de este premio ha sido:

Advances in injections system and microfluidic interfases for a two-dimensional capillary electrophoresis (2D-CE) system (P-67)

Autores: Lara-Quintanar, P.; de Frutos, M; Díez-Masa, J.C.

Los otros dos finalistas del premio han sido, ordenados por número de votos obtenidos:

2º. A simple capillary gel electrophoresis approach for efficient and reproducible DNA separations. Analysis of genetically modified soy and maize (P-20)

Autores: Sanchez, L.; González, R.; Crego, A.L.; Cifuentes, A.

3º. Poly(dimethylsiloxane) surface treatment to lab-on-a-chip applications (P-60)

Autores: Puerta, A.; Thorslund, S.; Bergquist, J.

Gracias a la inestimable colaboración de la Dra. Ana Gago y los demás miembros del comité organizador de la Universidad de Vigo y del Colegio Oficial de Químicos de Galicia, esta reunión científica se ha convertido, una vez más, en un lugar idóneo para el intercambio de ideas y opiniones entre los distintos grupos investigadores de las universidades y centros de investigación españoles y extranjeros que trabajan en temas relacionados con la cromatografía y técnicas afines.

## 6ª ASAMBLEA GENERAL DE LA SECYTA

La 6ª Asamblea General, que contó con la asistencia de 71 Socios, se celebró el día 9 de Noviembre de 2006, a las 15:00 h en segunda convocatoria, en los Salones del Centro Social Caixanova (C/ Policarpo Sanz, Vigo), con el siguiente Orden del Día:

1. Lectura y aprobación del Acta de la Reunión anterior
2. Informe del Presidente
3. Informe de la Secretaria
4. Informe de la Tesorera
5. Ruegos y preguntas

### 1. Lectura y aprobación del Acta de la Reunión anterior.

La Secretaria lee el Acta de la Reunión anterior, que es aprobada, por unanimidad, sin correcciones.

### 2. Informe del Presidente.

En primer lugar, el Presidente da la bienvenida a todos los asistentes y expresa su más sincero agradecimiento a la Profesora D<sup>a</sup> Ana Gago Martínez, Presidenta del Comité Organizador de la "VI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines" (XXXV Reunión del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines) y a todos los miembros del Comité Organizador de esta Reunión, por haber aceptado el compromiso de organizar este Congreso y por el magnífico trabajo realizado. Este agradecimiento se hace extensivo a los miembros del Comité Científico, por la selección de las comunicaciones presentadas, a Caixanova, por haber cedido su Centro Social en la ciudad de Vigo para la celebración del evento, y a todas las Casas Comerciales e Instituciones locales y nacionales por el apoyo económico prestado para la organización de esta nueva reunión científica.

#### 2.1. Registro de la European Society for Separation Science (EuSSS).

El Presidente comenta que el registro legal de la EuSSS como Sociedad Científica de ámbito europeo, tuvo lugar en Alemania el pasado 4 de enero de 2006. En esta Sociedad participan como miembros de pleno derecho las Sociedades Cromatográficas de Noruega,

Dinamarca, Reino Unido, Francia, Italia, Eslovenia, Croacia, Hungría, Austria, República Checa, Ucrania, Polonia, Alemania y España. La finalidad de la EuSSS es el fomento de la Ciencia de las Separaciones en los países miembros de dicha Sociedad, así como la organización de congresos y reuniones en el campo de las separaciones analíticas.

La 1ª Asamblea de la Sociedad europea se ha celebrado en Copenhague el pasado 24 de agosto de 2006, con motivo del 26th International Symposium on Chromatography, y ha contado con la asistencia del Presidente de la SECyTA como representante de nuestra Asociación. El punto más importante del orden del día de esta asamblea fue la elección de la nueva Junta de Gobierno de la EuSSS, una vez aprobados los Estatutos de dicha sociedad (ver el link desde la página Web de la SECyTA, [www.secyta.org](http://www.secyta.org)) y tras su registro legal. Esta Junta estará compuesta por cinco miembros: un Presidente, dos Vicepresidentes, un Tesorero y un Secretario, cuyos mandatos, de cuatro años de duración, serán renovados en dos mitades: el Presidente y un Vicepresidente en una mitad y los otros tres cargos en otra mitad. La Asamblea decidió que, con el fin de que haya continuidad en las actuaciones de la Junta de Gobierno, el mandato del Presidente y uno de los Vicepresidentes que se designen en esta primera elección tendrá una duración de dos años y el de los otros miembros, de cuatro años. El plazo de presentación de candidaturas por parte de los representantes de las distintas Sociedades miembros de la EuSSS ha finalizado el 20 de octubre. Las votaciones, que se llevarán a cabo por correo electrónico, se celebrarán el 15 de diciembre de 2006, de manera que la nueva Junta de Gobierno entrará en funciones a primeros de enero de 2007.

#### 2.2. 12<sup>as</sup> Jornadas de Análisis Instrumental.

Estas Jornadas se celebrarán en el marco de Expoquimia en noviembre de 2008. Según se recoge en el Acta de la 5ª Asamblea General de la SECyTA, se ha acordado con Expoquimia que la organización de las 12as Jornadas de Análisis Instrumental esté presidida por la SECyTA.

El 28 de septiembre de 2006 se ha celebrado una reunión a la que asistieron Pilar Navarro, Directora de



# Sin compromisos.

El Nuevo Triple Cuadrupolo TSQ Quantum Access™.

El único triple cuadrupolo que puede cuantificar y confirmar simultáneamente.

Con el nuevo TSQ Quantum Access de Thermo Scientific, puedes hacer las dos cosas –sin compromisos.

El TSQ Quantum Access utiliza la tecnología H-SRM de alta resolución, para ofrecerte el análisis cuantitativo más sensible en su categoría con rango de masas de 30–3.000 Da.

Ofrece la cuantificación instantáneamente con confirmación estructural simultánea y búsqueda en biblioteca, gracias a nuestra tecnología exclusiva Quantitation-Enhanced Data-Dependent™ MS/MS (QED-MS/MS). Esta utilidad única, asegura un riguroso screening multi-residuo o identificación de metabolitos a los niveles más bajos.

Si eres un investigador del tipo “sin compromisos”, visita [www.thermo.com/access](http://www.thermo.com/access) y verás por qué el nuevo TSQ Quantum Access es tu pareja ideal.

Thermo Scientific, antes Thermo Electron Corporation, es una marca de Thermo Fisher Scientific.

#### Thermo Fisher Scientific

Madrid: Sepúlveda, 7 A - 28108 Alcobendas

Tel. 914 845 965 - Fax 914 843 598

Barcelona: Acero, 30-32, Plta. 2 Mód 3 - 08038 Barcelona

Tel. 932 230 918 - Fax 932 230 982

[www.thermo.com](http://www.thermo.com) · [analyze.es@thermofisher.com](mailto:analyze.es@thermofisher.com)

# Sin Limites.

© 2006 Thermo Fisher Scientific. All rights reserved.

## Nuevo Sistema LC de Alta-Velocidad Accela™. Separaciones convencionales y U-HPLC en un instrumento eficiente e ilimitado.

El análisis de muestras se ha hecho más fácil, más rápido, y más fiable. El innovador sistema LC Accela de Thermo, te permite realizar separaciones en una amplísima gama de flujos y presiones —todo en un solo instrumento.

- Desde presiones convencionales HPLC hasta 15.000 psi
- Volumen muerto de sólo 65 µL para una rápida transferencia de gradientes complejos desde la bomba a la columna
- Prestaciones optimizadas para columnas de tamaño de partícula inferior a dos micras, Hypersil GOLD™ incluidas

Visita [www.thermo.com/accela](http://www.thermo.com/accela) para ver como la combinación del Accela con tu espectrómetro de masas puede ofrecer rendimiento ilimitado y máxima productividad a tu laboratorio.

Thermo Scientific, antes Thermo Electron Corporation, es una marca de Thermo Fisher Scientific.

#### Thermo Fisher Scientific

Madrid: Sepúlveda, 7 A - 28108 Alcobendas

Tel. 914 845 965 - Fax 914 843 598

Barcelona: Acero, 30-32, Plta. 2 Mód 3 - 08038 Barcelona

Tel. 932 230 918 - Fax 932 230 982

[www.thermo.com](http://www.thermo.com) · [analyze.es@thermofisher.com](mailto:analyze.es@thermofisher.com)



Sensibilidad, resolución y reproducibilidad incomparables en análisis de muestras

Expoquimia, Francisco Farré, como miembro del Comité de Asesoramiento de la SECyTA para las JAI, y el Presidente de la SECyTA. En esta reunión se plantearon diferentes formas de colaboración en la infraestructura y secretaría técnica por ambas partes (Expoquimia y SECyTA). Con este fin, la Junta Directiva de la SECyTA ha llevado a cabo un estudio de los costes que supondrían las partidas de organización científica y secretaría técnica de las Jornadas. Se ha entregado este informe a la Directora de Expoquimia para que sea sometido a su estudio y se presente una contrapropuesta entre noviembre y diciembre de 2006. Se espera que a finales de enero de 2007 se llegue a una propuesta definitiva y consensuada entre ambas partes. Posteriormente, la SECyTA iniciará los contactos con el resto de Sociedades Científicas participantes en las Jornadas, con el fin de establecer el Comité Científico.

### **2.3. Próxima Reunión Científica de la SECyTA (2007).**

De las diferentes candidaturas que se han barajado para la organización de la próxima Reunión Científica de la SECyTA, el Presidente propone a los Socios asistentes a esta Asamblea aceptar la candidatura presentada por la Dra. D<sup>a</sup> Ana María García Campaña, Profesora del Departamento de Química Analítica de la Universidad de Granada. No obstante, se continuarán los contactos con otras dos Sociedades, como son la Sociedad Española de Espectrometría de Masas y la Sociedad Española de Proteómica, con el fin de estudiar una posible colaboración para la próxima Reunión Científica de la SECyTA, aunque por cuestión de fechas e incluso de temáticas de interés (especialmente en el caso de la Sociedad de Proteómica), parece algo difícil. Los socios de la SECyTA asistentes a esta Asamblea dan el visto bueno a esta propuesta.

### **3. Informe de la Secretaria.**

En el 2006 se han incorporado a la SECyTA 32 nuevos Socios y han confirmado su baja 28. A fecha 6 de noviembre de 2006 la Sociedad cuenta con 458 Socios.

Con respecto a las Becas, la SECyTA ha concedido 4 Ayudas para asistencia a los siguientes congresos celebrados fuera de España:

- 20<sup>th</sup> International Symposium on Microscale Bioseparations, Ámsterdam, Holanda, 22-26

Enero de 2006 (1 beca, con cargo al presupuesto asignado para este concepto para el 2005).

- 8<sup>th</sup> International Symposium on Advances in Extraction Techniques 2006, York, Reino Unido, 6-8 Febrero de 2006 (1 beca).
- 29<sup>th</sup> International Symposium on Capillary Chromatography, Riva del Garda, Italia, 29 Mayo-02 Junio de 2006 (2 Becas).

Por otra parte, se han concedido 40 becas (inscripción y ayuda de 150 € para viaje) para la VI Reunión Científica de la SECyTA.

Asimismo, la SECyTA ha patrocinado los siguientes congresos:

- HPLC 2006 (San Francisco, Estados Unidos, 17-23 Junio de 2006).
- International Symposium on Luminescence Spectrometry, ISLS2006 (Lugo, 18-21 Julio de 2006. Organizador: Alberto Cepeda.).
- VII Congreso de Ciencias Farmacéuticas y XXVI Symposium de AEFI (Boadilla del Monte, Madrid, 26-28 Octubre de 2006. Organizadora: Coral Barbas).
- 4<sup>th</sup> European Conference on Pesticides and Related Organic Micropollutants in the Environment and 10<sup>th</sup> Symposium on the Chemistry and Fate of Modern Pesticides (Almería, 26-29 Noviembre de 2006. Organizadores: Amadeo R. Fernández-Alba; Ana Agüera).

Respecto a otros temas:

- Se han inscrito en el Registro Nacional de Asociaciones los nuevos Estatutos de la SECyTA (resolución de 14 de Diciembre de 2005). Los Estatutos se han publicado en el Boletín de la SECyTA (Vol.27, No.1 de 2006) y se puede acceder también a ellos a través de la página Web de la Asociación.
- Se ha registrado el dominio “.es” de la página Web y queda pendiente la transferencia de la información desde el dominio “.org”.
- Se encuentran actualizados y contrastados los listados de Tesorería, Secretaría y Boletín. Además, en la actualidad se dispone ya de, aproximadamente, el 90% de las direcciones de correo electrónico de nuestros Socios.
- La SECyTA ha apoyado, por primera vez, una solicitud de Acción Especial del MEC para el “Encuentro Internacional sobre “Contaminantes

Orgánicos Persistentes en el Medio Ambiente: Transporte, Distribución Global y Efectos”, del Departamento de Química Ambiental del IIQAB-CSIC. Este tipo de colaboraciones, que puede repercutir favorablemente en la Asociación, en lo que se refiere a publicidad y difusión de la SECyTA, ha contado con el respaldo de la Junta de Gobierno (10 de Julio de 2006).

#### 4. Informe de la Tesorera.

La Tesorera informa que se ha cerrado el año 2005 con un saldo positivo. En Enero de 2006 se pasaron al cobro las cuotas correspondientes al 2005 (398 recibos lanzados y 391 recibos cobrados, de los cuales 384 estaban domiciliados y 7 correspondieron a facturas). Se prevé que para finales de noviembre o principios de diciembre de 2006 se cobrará a los Socios la cuota de este año.

Finalmente, la Tesorera presentó el Balance de ingresos y gastos correspondientes al 2006, siendo este también positivo a fecha 6 de Noviembre de 2006.

D. Joan Solé pregunta si hay alguna empresa comercial deudora. La Tesorera responde que actualmente todas pagan sus cuotas correspondientes.

#### 5. Ruegos y preguntas.

No hay ningún ruego o pregunta por parte de los Socios asistentes a la Asamblea.

Sin más asuntos que tratar, se da por concluida la 6ª Asamblea General de la SECyTA a las 15:55 h.

Vigo  
9 de Noviembre de 2006

### NUEVOS SOCIOS DE LA SECyTA (PERIODO JUNIO-DICIEMBRE 2006)

Vallejo Calvo, M<sup>a</sup> de la Peña  
Facultad de Farmacia (Edif. B)  
Universidad San Pablo-CEU  
Urbanización Montepríncipe, Ctra. 501, Km. 0  
28668 Boadilla del Monte (MADRID)

Ongay Camacho, Sara  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
C/ Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Torres Cartas, Sagrario  
Escuela Politécnica Superior de Gandia  
Universidad Politécnica de Valencia  
Ctra. Nazaret-Oliva s/n  
46730 Grao de Gandia, Gandia (VALENCIA)

Khan, Mohammad Rizwan  
Dep. de Química Analítica  
Facultad de Química  
Universidad de Barcelona  
C/ Martí i Franqués, 1-11  
08028 BARCELONA

Blázquez Blázquez, Enrique  
C/ Costa Rica, 8, 4ªA  
28016 MADRID

Martínez Girón, Ana Belén  
C/ Méjico, 37  
28820 Coslada (MADRID)

Mateo Sotos, José Ramón  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
C/ Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Prat Puig, M<sup>a</sup> Luisa  
Universidad San Pablo-CEU  
Urbanización Montepríncipe, Ctra. 501, Km. 0  
28668 Boadilla del Monte (MADRID)

Sáez Ribas, Mónica  
Dep. de Análisis Instrumental y Química Ambiental  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
C/ Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

# NOTICIAS DE LA SEGYTA

Gallego Piñol, Eva  
Laboratori Centre de Medi Ambient – UPC  
Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (INSHT)  
Avda. Diagonal, 647  
08028 BARCELONA

Corzo Martínez, Marta  
C/ Canteras de Tillí, 8, 3°C  
28032 Vicálvaro (MADRID)

Fernández-Villarrenaga, Verónica  
Servicios de Apoyo a la Investigación  
Universidad de A Coruña  
Campus de Elviña s/n  
15071 A CORUÑA

Fernández Martínez, Gerardo  
Servicios de Apoyo a la Investigación  
Universidad de A Coruña  
Campus de Elviña s/n  
15071 A CORUÑA

León González, Zacarías  
C/ Valencia, 8 – 7  
46950 Xirivella (VALENCIA)

Huerta Fontela, María  
C/ Torroella de Montgrí, 25, 11°B  
08027 BARCELONA

De la Torre Haro, Adrián  
CIEMAT  
Avda. Complutense, 22  
28040 MADRID

Simonet Suau, Bartolomé Miguel  
Dep. de Química (Edificio Mateu Orfila i Rotger)  
Universidad de Islas Baleares  
Ctra. Valldemossa, km. 7,5  
07122 Palma de Mallorca (ISLAS BALEARES)

Carril Avilés, M<sup>a</sup> Mercedes  
Avda. Puerto, 219  
46022 VALENCIA

Cornejo Corrales, Laura  
Facultad de Farmacia (Edif. B)  
Universidad San Pablo-CEU  
Urbanización Montepríncipe, Ctra. 501, Km. 0  
28668 Boadilla del Monte (MADRID)

González González, Daniel  
Facultad de Farmacia (Edif. B)  
Universidad San Pablo-CEU  
Urbanización Montepríncipe, Ctra. 501, Km. 0  
28668 Boadilla del Monte (MADRID)

Alonso Herranz, Vanesa  
Universidad San Pablo-CEU  
Urbanización Montepríncipe, Ctra. 501, Km. 0  
28668 Boadilla del Monte (MADRID)

Campo Sahagún, Eva M<sup>a</sup>  
Avda. Salvador Allende, N° 5, 2°K  
50015 ZARAGOZA

Herrero Collantes, Laura  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
C/ Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Prat Botanch, Chantal  
Dep. de Química Analítica  
Facultad de Ciencias  
Universidad de Girona, Campus Montilivi  
17071 GIRONA

Mayo Sánchez, Rebeca  
C/ Quebrada, N° 5, 5°B  
47011 VALLADOLID

García Pérez, Isabel  
Universidad San Pablo-CEU  
Urbanización Montepríncipe, Ctra. 501, Km. 0  
28668 Boadilla del Monte (MADRID)

Mezcua Peral, Milagros  
Dep. de Hidrogeología y Química Analítica  
Universidad de Almería  
Ctra. Sacramento s/n  
04120 La Cañada de San Urbano (ALMERÍA)

Cantarero Malagón, Samuel  
Dep. de Química Analítica  
Facultad de Ciencias. Universidad de Granada  
Avda. Fuente Nueva s/n. 18071 GRANADA  
Huertas Pérez, José Fernando  
C/ Córdoba, N° 44. 18193 Monachil (GRANADA)

García Hernández, Luz María  
C/ Fresno, N° 62  
28529 Rivas-VaciaMadrid (MADRID)

**Si desea hacerse socio de la SECyTA rellene y envíe el siguiente boletín de inscripción, acompañado de la correspondiente autorización bancaria a:**

Dra. Mercedes Torre  
Departamento de Química Analítica e Ingeniería Química  
Facultad de Química. Universidad de Alcalá  
28871-Alcalá de Henares, Madrid  
E-mail: mercedes.torre@uah.es

Cuota año 2007: 30 €

- Señale la casilla  correspondiente a la dirección en la que desea recibir la correspondencia.
- Puede efectuar el pago de la cuota del primer año mediante cheque bancario (adjuntándolo a esta solicitud) o mediante ingreso/transferencia a la Cuenta Corriente de "la Caixa" 2100/3739/11/2200059715 (Sociedad Española de Cromatografía y Afines). Debe figurar en el ingreso o transferencia: "ALTA SECYTA + nombre y primer apellido del Socio"
- ¿Autoriza a incluir su correo electrónico en la página Web de la SECyTA?      SI      NO  
(Tache lo que NO proceda)

**SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES**

**HOJA DE INSCRIPCION**

Apellidos ..... Nombre .....

DNI .....

Domicilio particular:

Calle ..... Núm. ....

Municipio ..... Provincia.....

Código postal .....

Teléfono ..... Correo electrónico .....

Industria u organización .....

Calle ..... Núm. ....

Municipio ..... Provincia.....

Código postal .....

Teléfono ..... FAX ..... Correo electrónico .....

**DATOS BANCARIOS**

Banco/Caja de Ahorros .....

Sucursal .....

Dirección ..... Ciudad.....

D. ....

Con domicilio en .....

Y con cta. cte. / libreta de ahorro núm. / \_ \_ \_ / \_ \_ \_ / \_ \_ / \_ \_ \_ \_ \_ \_ \_ \_ /

Entidad   Oficina   D.C.   Número de cuenta

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 Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

Atentamente le saluda,

En..... a..... de..... de 2006

Firma:



# EMPRESAS colaboradoras

## PROTECTORAS

- AGILENT TECHNOLOGIES  
SPAIN, S.L.  
Ctra. N-VI, km 18,200  
28230 LAS ROZAS (Madrid)
- PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L.  
Avda. Encuartes, 19  
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- THERMO ELECTRON CORPORATION  
Sepúlveda, 7 - A  
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- WATERS CROMATOGRFÍA, S.A.  
Ronda Can Fatjo, 7-A, 24  
Parc Tecnologic del Vallés  
08290 CERDANYOLA DEL VALLES (Barcelona)
- KONIK-TECH, S.A.  
Avda. Cerdanyola, 73  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)

## ASOCIADAS

- AL AIR LIQUIDE ESPAÑA, S.A.  
Paseo de la Castellana, 35  
28046 MADRID
- BRUKER ESPAÑOLA, S.A.  
Av. de Castilla, 2 (P. E. San Fernando)  
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- GILSON INTERNATIONAL B.V.  
Apartado de Correos, 1075  
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- GOMENSORO, S.A.  
Aguacate, 15  
28044 MADRID
- INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.  
Carretera de Cerdanyola, 73  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS  
(Barcelona)
- IZASA, S.A.  
Aragoneses, 13  
Polígono Industrial Alcobendas  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- MILLIPORE IBÉRICA, S.A.  
Avda. Llano Castellano, 13  
28034 MADRID
- SCHARLAB, S.L.  
La Jota, 86  
08016 BARCELONA
- Servicio y Mantenimiento de Técnicas Analíticas,  
S.A.L. (SYMTA, S.A.L.)  
San Máximo, 31  
28041 MADRID
- S.I.A. Enginyers, S.A.  
Monturiol, 16, baixos  
08018 BARCELONA
- S. E. DE CARBUROS METÁLICOS, S.A.  
Av. Matapiñonera, 9  
28700 S. SEBASTIÁN DE LOS REYES (Madrid)
- SUGELABOR  
Sicilia, 36  
28038 MADRID
- TEKNOKROMA  
Camí de Can Calders, 14  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS  
(Barcelona)
- VARIAN-IBÉRICA, S.L.  
Avda. Pedro Díez, 25, 3º  
28019 MADRID
- VERTEX TECHNICS, S.L.  
Comercio, 12-14 bajos  
08902 HOSPITALET DE LLOBREGAT  
(Barcelona)
- VWR International - EUROLAB, S.L.  
Polígono Merck  
08100 MOLLET DEL VALLÉS  
(Barcelona)



## Artículos de interés

### Levels and trends of brominated flame retardants in the European environment

Robin J. Law, Collin R. Allchin, Jacob de Boer, Adrian Covaci, Dorte Herke, Peter Lepom, Steven Morris, Jacek Tronczynski, Cynthia A. de Wit.  
*Chemosphere* 64 (2006) 187-208

Este artículo recoge una gran cantidad de datos sobre la presencia de retardantes de llama bromados (BFRs), principalmente polibromodifenil éteres (PBDEs) y hexabromociclododecano (HBCD), en muestras medioambientales tomadas en diferentes puntos de Europa en los últimos años. Las muestras analizadas abarcan desde aire y partículas atmosféricas del Mar Báltico en 2001 hasta mamíferos marinos del Reino Unido entre 1998 y 1999, pasando por lodos, sedimentos, suelos, tejidos y huevos de aves, peces y moluscos.

Los autores, además de recoger las concentraciones de los distintos BFRs, llevan a cabo una discusión muy interesante sobre los problemas en la comparación entre diferentes estudios realizados por distintos laboratorios. Estos problemas se deben, en la mayoría de los casos, a la elección de los congéneres a determinar y a las técnicas utilizadas para ello. Por ejemplo, en el caso de los PBDEs, la existencia de 209 posibles congéneres con abundancias relativas muy diferentes en las mezclas técnicas comerciales, hace que las concentraciones totales de PBDEs dadas en un determinado estudio se vean muy influenciadas por los congéneres elegidos en el mismo y en muchos casos no serían comparables con los valores totales dados en otro estudio en el que los congéneres seleccionados sean en su mayoría distintos. En cuanto a las técnicas instrumentales utilizadas, en la gran mayoría de los casos, la determinación de PBDEs se lleva a cabo por cromatografía de gases (GC) acoplada a espectrometría de masas (MS) con ionización química negativa (NCI) ya que es la técnica que proporciona mayor sensibilidad para compuestos polibromados, como los PBDEs, y puede resolver algunos problemas de coelución cromatográfica irresolubles cuando se utiliza la GC acoplada a un detector de captura de electrones (ECD). Por otro lado, para el HBCD, el método de determinación establecido es la cromatografía de líquidos (LC) acoplada a MS ya que permite la separación de los diastereoisómeros de dicho compuesto. Sin embargo, en muchos laboratorios no se dispone de dicha técnica por lo que las determinaciones se llevan a cabo utilizando GC-MS, que no permite separar diastereoisómeros debido a la inestabilidad térmica de los isómeros del HBCD y que, por tanto, únicamente da información sobre concentración total.

### New multiresidue analytical method dedicated to trace level measurement of brominated flame retardants in human biological matrices

Ronan Cariou, Jean-Philippe Antignac, Philippe Marchand, Alain Berrebi, Daniel Zalko, François Andre, Bruno Le Bizec  
*Journal of Chromatography A*, 1100 (2005) 144-152

El artículo propone un nuevo método analítico multiresidual para la determinación de los principales retardantes de llama bromados (BFRs), que son los éteres bifenílicos policromados o PBDEs, el tetrabromobisfenol A o TBBP-A y los estereoisómeros  $\alpha$ -,  $\beta$ -, y  $\gamma$ -del hexabromociclododecano o HBCD, en muestras biológicas, como suero, tejido adiposo y leche materna. El método propuesto es aplicable a los tres tipos de muestra investigados, variando únicamente la metodología de extracción en función de la naturaleza de la muestra, y busca principalmente la reducción de los elevados tiempos de análisis y volumen de disolventes característicos de este tipo de determinaciones. La metodología propuesta es, a su vez, validada y los resultados obtenidos son, según los autores, satisfactorios en todos los casos.

Como limitaciones del método propuesto, los autores destacan la baja sensibilidad que presenta la técnica de LC-MS en este caso, debido a que la interfase utilizada (electro-spray) no presenta una alta eficacia para compuestos apolares como es el HBCD. En cuantos a la determinación instrumental de PBDEs y TBBP-A, llevada cabo por GC acoplada a espectrometría de masas de alta resolución (HRMS), habría que destacar que el método propuesto sería aplicable en un número reducido de laboratorios debido a que los elevados costes de adquisición y mantenimiento de la HRMS hacen que dicha técnica instrumental no sea de uso común en los laboratorios. Los autores dedican una parte del trabajo a estudiar las contaminaciones analíticas del método ya que observan problemas de contaminación en el caso de las determinaciones de TBBP-A y de PBDEs. Este punto resulta de gran interés ya que pone de manifiesto la dificultad del análisis de BFRs a nivel de trazas en matrices biológicas, siendo ésta una de las conclusiones más relevantes que los autores señalan en su trabajo. En este sentido, los parámetros chequeados por los autores son la pureza del gas usado como gas portador en GC, el proceso de liofilización de las muestras, la pureza y calidad de los disolventes utilizados y la limpieza del material empleado.

**Structure elucidation of hexabromocyclododecanes a class of compounds with a complex stereochemistry**

Norbert V. Heeb, W. Bernd Schweizer, Martin Kohler, Andreas C. Gerecke  
*Chemosphere* 61 (2005) 65–73

En este trabajo los autores ponen de manifiesto la complejidad en el análisis del hexabromociclododecano (HBCD) ya que profundizan en la elucidación estructural del mismo revelando la existencia de gran cantidad de estereoisómeros de esta molécula, tanto diastereoisómeros como enantiómeros. El artículo resulta de gran interés ya que el HBCD se ha catalogado recientemente como un contaminante emergente debido a su alta producción y uso como retardante de llama en plásticos y otros productos de uso habitual. En muchos de los estudios que aparecen en la bibliografía sobre concentración de HBCD las determinaciones que se llevan a cabo son del total de la concentración o de las concentraciones de sus tres diastereoisómeros más conocidos ( $\alpha$ ,  $\beta$ , y  $\gamma$ -HBCD).

Para llevar a cabo este estudio, los autores recurren a diferentes sistemas de LC en fase normal, inversa y quiral. Para ello, en una primera etapa realizan el aislamiento de los diastereoisómeros del HBCD a partir de la mezcla comercial de HBCD mediante el uso de LC en fase normal sobre sílice activada. En esta etapa los autores encuentran que la composición isomérica del producto de partida para la síntesis de la mezcla comercial de HBCD (el 1,5,9-ciclododecatrino, CDT) es uno de los factores más importantes que afectan a la composición estructural de la mezcla técnica de HBCD. A continuación llevan a cabo la separación de hasta 5 diastereoisómeros diferentes del HBCD que son el  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$  y  $\epsilon$ -HBCD utilizando LC en fase inversa sobre una columna de C18 y de los tres pares de enantiómeros ( $\pm$ ) del los diastereoisómeros  $\alpha$ ,  $\beta$ , y  $\gamma$ -HBCD utilizando LC con una columna quiral basada en  $\beta$ -ciclodextrinas.

El número de estereoisómeros encontrados por los autores demuestra la necesidad de llevar a cabo estudios más profundos a la hora de determinar el HBCD y la utilidad de la LC frente a la GC en este tipo de determinaciones.

**Dra. Belén Gómara**  
IQOG, CSIC

El estudio de fuentes químicas naturales y sintéticas es un punto de partida para detectar compuestos farmacológicamente activos. Hoy en día, el estudio de muestras complejas es muy demandado, presentando una fuerte relación entre análisis químicos, fraccionamiento de la

muestra y ensayo biológico. En muchos casos, los constituyentes no activos de la muestra están en mayor proporción que los componentes con actividad farmacológica, y la identificación de estos requiere un fraccionamiento de la muestra previo a su análisis cromatográfico.

En los últimos años, técnicas como la cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC) han sido empleadas para la separación de mezclas de compuestos, previamente a la realización de los ensayos biológicos. Estos ensayos son realizados en sistemas de flujo continuo, en donde el bioensayo se acopla al sistema, y son compatibles con diferentes técnicas de separación. En sistemas más avanzados, se utiliza la espectrometría de masas para la detección de los compuestos biológicamente activos, con lo cual no se necesitan, por ejemplo, marcadores fluorescentes como sería en el caso de utilizar detectores de fluorescencia. A continuación, se revisa un artículo en el cual se describe un ensayo bioquímico de flujo continuo, en el que se determinan las características químicas y bioquímicas de compuestos bioactivos mediante ESI-MS.

Por otro lado, en la actualidad está creciendo el interés en la HPLC utilizando altas temperaturas (HTLC), puesto que esta última presenta una serie de ventajas sobre la primera. Entre otras, se encuentra la utilización de menores porcentajes de disolvente orgánico y permiten análisis más rápidos. En las siguientes líneas se comenta un artículo en el que se describe un ensayo biológico acoplado a un sistema HTLC-ESI-MS.

Por último, hay que destacar que la principal diferencia entre un sistema de HPLC y uno de HTLC es el tipo de columna que se emplea en cada caso, puesto que las columnas de HPLC no resisten altas temperaturas. Un artículo en el que se estudian diferentes tipos de relleno resistentes a altas temperaturas es comentado a continuación.

**On-line coupling of high-performance liquid chromatography to a continuous-flow enzyme assay based on electrospray ionization mass spectrometry**

A.R. de Boer, T. Letzel, D.A. van Elswijk, H. Lingeman, W.M.A. Niessen, H. Irth.  
*Analytical Chemistry*, 2004, 76, 3155-3161.

En este artículo se nos presenta un sistema cromatográfico (HPLC-ESI-MS), al cual se acopla, on-line, un ensayo bioquímico. Este estudio tiene tres vértices fundamentales, la separación cromatográfica (HPLC), el ensayo enzimático on-line y la detección e identificación mediante ESI-MS, que permite la determinación

simultánea, en un único análisis, de la actividad biológica y de las características químicas de los compuestos activos presentes en las muestras. Por tanto, se desarrolla un sistema analítico que aporta información tanto biológica como química.

En una primera etapa, se realiza la separación cromatográfica, mediante HPLC, de los compuestos presentes en la muestra estudiada. El ensayo enzimático se realiza de forma continua mediante una reacción postcolumna, en una segunda etapa, en donde los analitos procedentes de la separación cromatográfica interaccionan, en primer lugar, con la enzima y, posteriormente, una vez producida la interacción entre la enzima y los analitos, con el sustrato, detectándose la inhibición en una tercera etapa, mediante ESI-MS. La inhibición es detectada monitorizando los cambios en la concentración de los productos obtenidos de la reacción entre la enzima y el sustrato.

Finalmente, puesto que todo estudio está enfocado a su utilidad, los autores analizan una muestra real, determinando la masa de cada uno de los inhibidores presentes en la misma.

La utilidad del sistema se demuestra analizando una muestra compleja cuyos componentes son desconocidos, detectándose compuestos bioactivos, sus tiempos de retención y sus correspondientes espectros de masas.

También se determina la validez del sistema mediante la medida de la concentración de inhibidor necesaria para inhibir al 50% de la enzima (IC50) de diferentes compuestos.

Algunas de las ventajas de este sistema son: menor tiempo de análisis, ausencia de pretratamiento de la muestra y posibilidad de determinar de forma inequívoca, al menos, la masa del inhibidor.

### **Effect of high-temperature on high-performance liquid chromatography column stability and performance under temperature-programmed conditions**

*S.J. Marin, B.A. Jones, W.D. Felix, J. Clark.  
Journal of Chromatography A, 2004, 1030, 255–262.*

Debido al creciente interés de la cromatografía líquida a alta temperatura (HTLC) y a la dificultad de su uso por las limitaciones que presentan las fases estacionarias, en este artículo se aborda el estudio de la estabilidad y eficacia de varias fases estacionarias a altas temperaturas, utilizando gradientes de temperatura.

Las columnas estudiadas contenían diferentes rellenos, uno de sílice polidentada, otro de polímero poliestireno divinilbenceno, uno de carbono grafitico y tres basados en recubrimientos de zirconio, siendo el intervalo de temperaturas de trabajo máximas entre 100 y 200 °C.

Para el estudio se utilizaron varios analitos, diferentes fases móviles, gradientes de temperatura con fase móvil fija y gradientes de fase móvil con temperatura fija.

El gradiente de temperatura producía un aumento de la línea base para las tres columnas cuyo relleno contenía zirconio, mientras que en el resto de las columnas no se observa este fenómeno. Esto se debe a que, durante el análisis, se produce pérdida del material empaquetado. Debido a esto el estudio se continuo con las tres columnas que no presentaron pérdidas de relleno.

Después de exponer las columnas a altas temperaturas y a pH extremos no se observaron pérdidas de la eficacia ni de la capacidad de retención, lo que indicaba que las columnas no se colapsaban en estas condiciones de trabajo. Posteriormente, los autores realizaron varias inyecciones para evaluar las columnas, usando temperaturas por encima del máximo recomendado, con diferentes fases móviles, no presentando ningún síntoma de degradación de la fase estacionaria y ofreciendo buena eficacia.

También se observa en este trabajo que el uso de un gradiente de temperatura puede sustituir a un gradiente de disolventes, permitiendo que se alteren los tiempos de retención y la selectividad, pero presentando picos comparables.

Por lo tanto, las columnas que presentan un mejor comportamiento a temperaturas máximas entre 100 y 200 °C son las de sílice polidentada, de polímero poliestireno divinilbeneno y de carbono grafitico, pudiendo utilizarse en condiciones ácidas y básicas.

### **High-temperature liquid chromatography coupled online to a continuous-flow biochemical screening assay with electrospray ionization mass spectrometric detection**

*A.R. de Boer, J.M. Alcaide-Hidalgo, J.G. Krabbe, J. Kolkman, C.N. van Emde Boas, W.M.A. Niessen, H. Lingeman, H. Irth.  
Analytical Chemistry, 2005, 77, 7894–7900.*

En este artículo se nos presenta un estudio en el que se conjugan varios dispositivos como la cromatografía líquida, la alta temperatura, el ensayo biológico y la espectrometría de masas, dando lugar a un sistema HTLC-ESI-MS al que se le acopla un ensayo enzimático en línea.



Antes de acoplar el bioensayo, se optimiza el método de HTLC, presentando como punto crítico la temperatura de entrada del eluyente a la columna. La columna que se utiliza en la mayor parte del estudio presenta como relleno un polímero de poliestireno divinilbeneno. También se realiza una comparación entre la HTLC y la HPLC, demostrándose que con la HTLC, utilizando altas temperaturas y menor cantidad de disolvente orgánico, se pueden obtener similares resultados que con HPLC.

Posteriormente, se realiza el acoplamiento del bioensayo al sistema HTLC-ESI-MS y se estudia su aplicabilidad, separando varios compuestos a diferentes gradientes de temperatura. Un punto importante en esta etapa es la necesidad de enfriar el eluyente procedente de la columna, mediante una unidad de refrigeración, puesto que las altas temperaturas pueden disminuir la actividad enzimática.

La sensibilidad del sistema también es estudiada, determinándose la concentración de inhibidor necesaria para inhibir al 50% de la enzima (IC<sub>50</sub>) de dos compuestos. Por último, se estudia la utilidad del sistema analizando una muestra real.

Algunas de las ventajas de este sistema, comparado con un sistema HPLC temperatura ambiente, son: posibilidad de separar mezclas complejas, no se produce pérdida de la actividad enzimática puesto que se disminuye la cantidad de disolvente orgánico en la fase móvil, la sensibilidad de la HTLC es similar a la HPLC y se obtienen análisis en menor tiempo, siendo el acondicionamiento de la columna más rápido.

**Juan María Alcaide Hidalgo**

Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)

## CONGRESOS CELEBRADOS

### **29<sup>th</sup> International Symposium on Capillary Chromatography and 3<sup>rd</sup> GC x GC Symposium**

Riva del Garda, Italia, 29 de Mayo al 2 de Junio de 2006

La vigésimo novena edición del International Symposium on Capillary Chromatography y la tercera edición del GCxGC Symposium se celebró en la Fiere Congressi SpA (Riva del Garda, Italy) del 29 de Mayo al 2 de Junio de 2006. El comité organizador estuvo presidido por el Prof. Dr. Pat Sandra (University of Ghent, Belgium) perteneciente a la Internacional Organization for the Promotion of Microcolumn Separation (I.O.P.M.S.). Los responsables de la organización local fueron los doctores S. Trestianu, R. Hendriquez y C. Zara de Thermo Electron S.p.A. (Italy). El comité científico estuvo integrado por investigadores de reconocido prestigio internacional pertenecientes a diferentes países.

Previo a la inauguración del congreso, el día 28 de Mayo de 2006, se celebró un curso sobre los fundamentos de la GCxGC, la optimización de métodos, los acoplamientos GCxGC con la espectrometría de masas y las distintas aplicaciones de dicha técnica. El curso fue impartido por los doctores John Dimandja (Spelman College, Atlanta, GA, USA), Jan Beens (Free University, Amsterdam, The Netherlands),

Hans-Gerd Janssen (Unilever Research Laboratory, Vlaardingen, The Netherlands), Luigi Mondello (University of Messina, Messina, Italy) y Philip Marriott (RMIT University, Melbourne, Australia).

La inauguración oficial del tercer GCxGC Symposium tuvo lugar la mañana del día 29 de Mayo de 2006 con la conferencia plenaria titulada "Focus on GCxGC: Where Are We Today?" presentada por el Dr. T. Gorecki (University of Waterloo, Canada). El programa científico estuvo compuesto por un total de 24 comunicaciones orales, 12 de las cuales fueron comunicaciones plenarias, y 34 comunicaciones en forma de póster, todas ellas relacionadas con técnicas multidimensionales como GCxGC, LCxLC y LCxGC. Las aplicaciones más importantes que se mostraron, tanto en las comunicaciones orales como en los posters, fueron el análisis y caracterización de mezclas complejas de compuestos orgánicos volátiles y derivados petroquímicos. Uno de los aspectos más novedosos que se presentó en este congreso fue la modificación de la GCxGC tradicional realizada por los investigadores Dr. J. Harynuk y Prof. Dr. P.J. Marriott que permitía reducir los tiempos de análisis de mezclas complejas mediante la utilización de columnas más cortas en la primera dimensión. Esta comunicación llevaba por título "Short primary columns for fast GCxGC". La sesión de clausura tuvo lugar la tarde del día 30 de Mayo de 2006.

Simultáneamente, el día de 30 de Mayo de 2006, se inauguró el 29th International Symposium on Capillary Chromatography con la presencia del concejal de Agricultura, Comercio y Turismo de la Provincia de Trento, Sr. T. Mellarini, y del Alcalde de Riva del Garda, Sr. C. Molinari. El Prof. Dr. S. Terabe (University of Hyogo, Japan) fue el encargado de la conferencia plenaria para la apertura del congreso cuyo título fue “Some Excitements during Research on Micellar Electrokinetic Chromatography”. Durante los cuatro días de congreso se registraron un total de 68 comunicaciones orales, siendo 50 de ellas comunicaciones plenarias, y un total de 336 comunicaciones en forma de póster. Estos últimos quedaron clasificados en las siguientes temáticas: fundamentos teóricos (17 posters), tipos de columnas capilares (12 posters), preparación de muestra (24 posters), sistemas de introducción de muestra (22 posters), cromatografía de gases (10 posters), (micro)cromatografía de líquidos (15 posters), sistemas de cromatografía y de extracción con fluidos supercríticos (4 posters), métodos electroforéticos (33 posters), instrumentación y automatización (11 posters), técnicas acopladas y multidimensionales (5 posters), análisis de trazas (10 posters), aplicaciones medioambientales (26 posters), energía, petroquímica y aplicaciones industriales (14 posters), biomedicina y aplicaciones farmacéuticas (18 posters), análisis de productos naturales, alimentos y fragancias (55 posters) y fabricación de microchips (2 posters). Un total de 65 posters se presentaron como contribuciones de última hora y la mayoría podían englobarse en alguno de los temas anteriores.

Dentro del programa científico, una de las comunicaciones más novedosas fue “HPLC on a chip coupled with mass spectrometry: a versatil and robust methodology for análisis in molecular biology” presentada por Agilent Technologies en la que se mostraba un nano-dispositivo de HPLC acoplado a un espec-

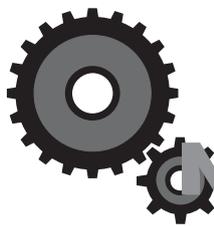
trómetro de masas de tiempo de vuelo. Otra de las novedades consistió en un sistema de electro-inyección para cromatografía de gases que permitía mejorar la reproducibilidad y minimizar los problemas de discriminación durante la inyección. La conferencia llevaba por título “Novel concepts for sampling in gas chromatography” y fue presentada por el Dr. J. Roeraade (Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden). Así mismo, el Dr. R. Gras (Dow Chemical, Fort Saskatchewan, Alberta, Canada) presentó un nuevo detector de descarga de barrido para cromatografía de gases, recientemente comercializado, en la conferencia “Dielectric barrier discharge detector for gas chromatography”.

De forma paralela a ambos congresos se realizó una exposición comercial que abarcaba desde instrumentación para cromatografía de gases y líquidos con nuevos accesorios para sistemas de introducción de muestras hasta información sobre libros y revistas científicas. 20 empresas del sector presentaron sus últimos desarrollos instrumentales. Así mismo, durante las sesiones de posters, diversas casas comerciales, como Gerstel, Shimadzu, Agilent Technologies, Supelco, Waters, Varian, Dani Instrument, Termo Electrón, Restek, Leco, Perkin Elmer y SGE, organizaron seminarios para mostrar las últimas aplicaciones desarrolladas para diferentes campos dentro de la cromatografía capilar.

El 29<sup>th</sup> International Symposium on Capillary Chromatography se clausuró el viernes 2 de Junio de 2006 emplazando a todos los asistentes a la siguiente edición del congreso que tendrá lugar en Dalia (China).

**Juan José Ramos y Belén Gómara**

Departamento de Análisis Instrumental y Química  
Ambiental  
IQOG, CSIC



# NOVEDADES TÉCNICAS



**Agilent Technologies**

Innovating the HP Way

## LOS NUEVOS DETECTORES DE LONGITUD DE ONDA MÚLTIPLE Y DE DIODOS DE AGILENT TECHNOLOGIES PERMITEN ALCANZAR LÍMITES DE DETECCIÓN MÁS BAJOS

Agilent Technologies Inc. Lanza los nuevos detectores de longitud de onda múltiple y de diodos Serie 1200 con especificaciones de ruido mejoradas. Estos detectores de cromatografía de líquidos permiten a los investigadores alcanzar límites de detección más bajos, aun en condiciones adversas de temperatura ambiente y humedad fluctuantes.

Las etiquetas de identificación por radiofrecuencia (RFID) recientemente incorporadas en las celdas de flujo y una lámpara UV proporcionan nuevos niveles de trazabilidad de los datos. Las etiquetas RFID registran parámetros como la referencia y el número de serie del producto, su fecha de fabricación, las dimensiones en el caso de la celda, la duración esperada y las horas de uso de la lámpara, así como la fecha en que se realizó la última prueba satisfactoria de la celda o la lámpara. Esa información se guarda con cada uno de los ficheros de datos primarios.

Los detectores de longitud de onda múltiple y de diodos Agilent Serie 1200 ofrecen además:

- Diseño de doble lámpara para la máxima sensibilidad entre 190 y 950 nm;
- Rendija programable para sencilla optimización de la sensibilidad, linealidad y resolución espectral;
- Electrónica de bajo ruido y control electrónico de la temperatura para conseguir límites de detección más bajos aun en condiciones ambientales inestables;
- Una gama de nueve celdas de flujo para máxima flexibilidad de aplicaciones; y
- Sencilla actualización a la velocidad de muestreo de 80 Hz para separaciones de alta velocidad.

Estos nuevos detectores vienen a reforzar la arquitectura abierta y escalable de la plataforma del LC Serie 1200. Pueden ser fácilmente actualizados para trabajar con modelos SL de la LC de resolución rápida con una velocidad de muestreo de 80 Hz, lo que los convierte en una inversión segura para el futuro de los laboratorios de nuestros clientes.

Encontrará más información acerca de las soluciones para Biociencia y Análisis Químico de Agilent en la dirección [www.chem.agilent.com](http://www.chem.agilent.com).

Los detectores de longitud de onda múltiple y de diodos Agilent Serie 1200 están ya disponibles para pedidos; se espera que los envíos comiencen a mediados de noviembre.

## EL NUEVO GC/MS DE AGILENT AUMENTA LA AUTOMATIZACIÓN, LA FLEXIBILIDAD Y EL RENDIMIENTO DE ESTA LÍNEA DE PRODUCTOS

Agilent Technologies Inc. (NYSE: A) ha lanzado hoy un nuevo cromatógrafo de gases/espectrómetro de masas (GC/MS) basado en los altos niveles de fiabilidad, productividad y rendimiento de su instrumento 5975. El MSD serie 5975B de Agilent ofrece a los usuarios nuevas herramientas de software y opciones adicionales para los inyectores automáticos integrados. Una nueva bomba de vacío sin aceite mejora la productividad gracias a necesidad de mantenimiento significativamente reducida.

El nuevo 5975B permite a los clientes ajustar la innovadora plataforma 5975 a sus flujos de trabajo, de múltiples maneras y todas ellas muy útiles. El año pasado introdujimos una plataforma GC/MS capaz de realizar los análisis de barrido completo y monitorización selectiva de iones (SIM) de manera sincronizada, con un software que crea automáticamente un método SIM a partir de un método de barrido. También permite el intercambio electrónico de métodos entre múltiples laboratorios en sitios remotos. Ahora estamos ampliando este rendimiento mediante software mejorado, más opciones de inyección automática y bomba de vacío sin aceite”.

El MSD serie 5975B de Agilent ya está disponible.

### Nueva opción de automatización

El GC/MS 5975B de Agilent es completamente compatible no sólo con el ALS 7683 de Agilent, el inyector automático para GC más utilizado en todo el mundo, sino también con los inyectores de muestra automatizados CTC Analytics' CombiPAL y GC PAL. La nueva edición del software Agilent GC/MS ChemStation integra a la perfección los inyectores de muestra CTC para conseguir una velocidad, eficacia y flexibilidad inigualables. El mismo inyector automático puede realizar inyecciones líquidas, de espacio de cabeza y de SPME. Agilent también ofrece consumibles recomendados para CTC como: tapones magnéticos y para espacio de cabeza, jeringas

para inyección automática, viales, tapones, bandejas de muestra de placa de pocillos y tapas para sello.

### Los análisis de datos se reducen de horas a minutos

El software de informes de deconvolución (DRS) elimina la mayoría de los retrasos y el tedio de revisar los datos GC/MS. Por ejemplo, un analista especializado redujo recientemente de ocho horas a unos 30 minutos el tiempo que conlleva procesar 17 muestras de agua superficial con un GC/MS, además de encontrar 99 compuestos adicionales. Este software combina el software Agilent MSD ChemStation, el programa de búsqueda de espectros de masas del Instituto Nacional de Normas y Tecnología (NIST), con la librería MS NIST y el software automatizado de identificación y deconvolución de espectros de masas del NIST. El DRS automatiza fácil y completamente la cuantificación, la deconvolución espectral y la búsqueda de librerías en un único paquete de informes.

### Hardware probado

El sistema se basa en el GC de red 6890N de Agilent, el modelo más vendido de todo el sector. Puede contener hasta dos detectores GC, además del detector selectivo de masas, y obtener datos desde los tres de manera simultánea. Su diseño modular permite las actualizaciones correspondiente según cambien los requisitos del laboratorio.

El Agilent 5975B presenta una fuente inerte de iones que funciona correctamente con compuestos activos y la fuente de ionización estándar realiza tanto la ionización de impacto de electrones como la ionización química (CI). El diseño hace que la CI sea fácil de realizar, gracias a un puerto doble de entrada de gas, al ajuste automatizado de la CI y a su sincronización automática.

El sistema contiene un verdadero analizador de masas cuadrupolo hiperbólico para conseguir una transmisión y resolución máximas. El cuadrupolo, propietario, proporciona una estabilidad de calibración y una sintonización más duradera gracias al eje de masas más estable del sector. El cuadrupolo térmicamente estable puede calentarse hasta los 200 grados centígrados, para conseguir la estabilidad del eje de masas a largo plazo.

Una prueba de confianza es que Agilent es el primer fabricante de GC/MS que ofrece una bomba de vacío sin aceite que no requiere prácticamente mantenimiento y elimina de este modo las fugas de aceite o la contaminación.

“El Agilent 5975B es el último ejemplo de nuestra tradición de liderazgo en GC/MS que dura ya 30 años y que comenzó con el primer instrumento de sobremesa en 1976”, añadió Ben Mahmoud. “Nuestra prioridad es siempre el rendimiento y la resistencia fiable. Por esa razón, hemos adoptado el lema “Todo el rendimiento, en todo momento”.

Para solicitar un kit de información gratuito de la serie 5975B de Agilent, incluido el nuevo CD Chemstation Software Productivity Tools (herramientas de productividad para el software Chemstation), visite la web en la dirección [www.agilent.com/chem/5975b-europe](http://www.agilent.com/chem/5975b-europe).

**Gomensoro S.A.**

### NUEVA GENERACIÓN DE ANALIZADORES DE MERCURIO (HG)

Automatic Mercury Analyzer for the Laboratory

**AULA 254**  
**AULA Fluorescence**

Extending the Capabilities of AULA Systems:

- Automated Sample Digestion (ASD) module
- GoldTrap module for maximum sensitivity

MERCURY INSTRUMENTS • ANALYTICAL TECHNOLOGIES

- MI Fully automated mercury analysis system
- MI High performance flow analysis technique
- MI Two detection methods:  
The AULA 254 uses Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry (CVAAS)  
The AULA Fluorescence uses Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry (CVAFS)
- MI Widest dynamic linear range
- MI Robust modular construction
- MI AULAWIN software and PC included



## NOVEDADES TÉCNICAS

MERCURY INSTRUMENTS fabricante alemán de Analizadores de Hg presenta su nueva gamma de analizadores para:

- Medida de mercurio en aire y otros gases (Prevención de Riesgos Laborales, Medio Ambiente).
- Medida de mercurio en muestras líquidas y sólidas (Todo tipo de Aguas: Naturales, Potables, Residuales, Industria Química, Alimentación, etc..).
- Determinaciones de mercurio ON-LINE en líquidos y gases (Hidrogeno, Gas Natural etc.).
- Analizadores de mercurio multipunto en ambiente (salas de reciclado, zonas contaminadas, salas de electrolisis).
- Monitorización continua de mercurio en gases de chimeneas y emisiones de combustión de acuerdo a normativa medioambiental.

Según la aplicación los equipos de Mercury Instruments utilizan la detección por Espectrometría de Fluorescencia Atómica por vapor frío (CVAFS) o Espectrometría de Absorción Atómica por vapor Frío (CVAAS).

Los rangos de detección son muy amplios desde 0.05 ppt – 100ppb.

La contaminación del Medioambiente hace cada día más necesario el análisis de Hg en muy diversos tipos de muestras. Mercury Instruments dedicada única y exclusivamente al análisis y monitorización de Hg ofrece siempre la mejor solución.

Mercury Instruments esta representada en España por Gomensoro, S.A.

Tel.: +34 915086586

Fax: +34 915086511;

e-mail: [ventas@gomensoro.net](mailto:ventas@gomensoro.net)

<http://www.mercury-instruments.de>

<http://www.gomensoro.net>



**“EL UNIVERSO DE LAS MOLÉCULAS...  
EL MUNDO DE KONIK”**

**Descubra las sinergias de todos los acoplamientos**

[www.konik-group.com](http://www.konik-group.com)

### **Nuevo Sistema patentado HPLC+HRGC**

- KONIK HPLC+HRGC K2 MULTIDIMENSIONAL
- Único sistema comercializado HPLC+HRGC MULTIDIMENSIONAL (patentado US,6,402,947 B1).
- Análisis de Pesticidas, PAH's, PCB's, ... por inyección directa de la muestra (aceites, concentrados, etc) en el HPLC
- Solicite información complementaria al 93 590 28 40 ó 91 328 25 26

### **KONIK MS Q12®**

- 4-2000 amu
- Cambio rápido de fuentes
- Máxima sensibilidad y resolución

El sistema combinado HRGC/HPLC+MS incorpora opcionalmente:

- Fuente para acoplamiento HRGC: permite ionización por impacto electrónico e ionización química; iones positivos y negativos.
- En el modo IQ (-) es el sistema más sensible del mercado.
- Fuente para acoplamiento HPLC: optimizada para ionización a presión atmosférica (APCI) y electrospray (ESI).
- Permite fácil análisis de péptidos y compuestos de alto peso molecular.

### **KONIK ROBOKROM®**

- Sistema totalmente innovador exclusivo de KONIK.
- Puede configurarse a voluntad para siete modos operativos: Purga y Trampa, Espacio de Cabeza Estático,  $\mu$ -Extracción en Fase Sólida, Desorción Térmica, Inyección de Líquidos HRGC, Inyección de Líquidos HPLC, Micro-concentrador. Opciones: Microagitación, evaporación controlada, microdosificación, microreacción. Estación de microquímica completa (derivatización precolumna, concentración, spiking,...).
- Soluciones combinadas con HRGC únicas: TOGA, BTX, EPA,...

### **KONIK HRGC 4000**

- Cromatografía ultra-rápida: Horno de alta precisión y muy baja inercia térmica. Neumática digital (EPC y EMC). Temperatura de 25°C a 490°C en incrementos y visualización de 0.1°C.
- Inyector estanco con septum frío (sin purga de septum): garantiza la máxima integridad de la muestra para compuestos de alto y bajo peso molecular. Ahorro de gas.
- Todas las opciones de inyección disponibles para cualquier tipo de columna.
- Gama completa de detectores, inclusive masas.

# Thermo

## THERMO LANZA LA TECNOLOGÍA FAIMS PARA CUANTIFICACIÓN LC/MS/MS DE ALTA SENSIBILIDAD

Thermo Fisher Scientific, líder mundial al servicio de la ciencia, refuerza su posición en bioanálisis de alta sensibilidad con la introducción de FAIMS (Espectrometría de Masas de Movilidad de Iones Asimétrica de Campo Intenso) como una opción para sus espectrómetros de masas de triple cuadrupolo Thermo Scientific TSQ Quantum™. La tecnología patentada FAIMS ha demostrado ser de gran ayuda en el desarrollo de métodos de LC/MS/MS para cuantificación de fármacos mejorando la selectividad del analito en los análisis de muestras complejas.

Las soluciones de instrumentación y programas de Thermo se dirigen a la demanda creciente de la industria farmacéutica para límites de detección más bajos y métodos de análisis más robustos. Adicionalmente a FAIMS, estos productos incluyen:

- H-SRM (Monitorización de Reacciones de Alta Selectividad). Esta aplicación analítica de alta resolución ayuda a eliminar el ruido químico y reduce los falsos positivos, permitiendo límites de detección más bajos.
- H-ESI (Fuente de Ionización Electrospray Calefactada). Sistema versátil de ionización LC-MS/MS que permite el análisis de alta sensibilidad de un amplio rango de flujos y de compuestos termolábiles.
- QuickQuan™. Software para automatizar los análisis de alta capacidad de procesamiento de muestras por LC-MS/MS en las primeras etapas del desarrollo de nuevos fármacos.
- LCQUAN™ 2.5. Este sistema de adquisición de datos incluye una interfase bidireccional con el LIMS (Laboratory Information Management System) Watson de Thermo, para facilitar una transferencia digital de datos segura, que esta específicamente diseñada para bioanálisis.
- LIMS Watson™. Un sistema de gestión de la información del laboratorio para laboratorios de bioanalítica.
- LIMS Galileo. Este es un sistema LIMS organizado por plantillas para ensayos ADMET en los cuales los experimentos están definidos simplemente aplicando una plantilla de diseño al compuesto analizado.

Los espectrómetros de masas de triple cuadrupolo de Thermo Scientific TSQ Quantum™ ofrecen la fiabilidad probada necesaria para los laboratorios analíticos más exigentes. La combinación del TSQ Quantum y estas nuevas opciones proporcionan a los investigadores un conjunto de herramientas para atender los desafíos del desarrollo de métodos LC/MS/MS de alta especificidad y de alta sensibilidad para la cuantificación de fármacos. Estas tecnologías están disponibles solo en el TSQ Quantum, proporcionando ventajas sin comparación con otros espectrómetros de masas de triple cuadrupolo.



## EL NUEVO SISTEMA DE LC DE ALTA VELOCIDAD THERMO SCIENTIFIC ACCELA OPERA HASTA 15,000 PSI

Thermo Fisher Scientific, líder mundial al servicio de la ciencia, presenta su nuevo Sistema de Cromatografía de Alta Velocidad y Alta Eficiencia optimizado para trabajar con columnas de 1.9  $\mu$  de tamaño de partícula. El Thermo Scientific Accela ofrece separaciones cromatográficas rápidas y eficaces a presiones convencionales y ultra altas de hasta 15,000 psi. Listo para funcionar como sistema de cromatografía líquida LC independiente o acoplado a un espectrómetro de masas LC-MS, el Accela permite obtener separaciones más rápidas con máxima simetría de pico y calidad de datos superior. Su bomba cuaternaria con el volumen muerto más bajo en su categoría (65  $\mu$ L) permite acelerar al máximo el gradiente a la columna.

“Las separaciones cromatográficas que solían necesitar de 30 o 40 minutos se pueden hacer ahora en de 5 a 10 minutos con picos más altos y estrechos que ofrecen mejor sensibilidad y reproducibilidad”, declara el Dr. Leo Bonilla, Director del Centro de Investigación de Biomarcadores por Espectrometría de Masas de Thermo. “La alta velocidad del nuevo Accela le convierte en la herramienta ideal para análisis cuantitativo que requiere máxima sensibilidad y rendimiento superior.”

El Accela está diseñado para cubrir las necesidades analíticas de usuarios de LC y LC/MS en desarrollo de nuevos fármacos, QA/QC, investigación y laboratorios alimentarios. Es el complemento ideal de los espectrómetros de masas de prestigio mundial de Thermo ofreciendo una solución total LC/MS total. El resultado es una herramienta rápida y potente desarrollada para combinar precisión, exactitud y fiabilidad optimizando el análisis de muestras.



**THERMO FISHER SCIENTIFIC ANUNCIA SU NUEVO SISTEMA GC/MS CUADRUPOLEAR PARA ACELERAR LA PRODUCTIVIDAD EN EL TRABAJO**

Thermo Fisher Scientific, líder mundial al servicio de la ciencia, presenta su última innovación en GC-MS el nuevo Thermo Scientific DSQ™ II. Basado en la plataforma probada en fiabilidad y prestaciones de los sistemas GC/MS DSQ y PolarisQ, el DSQ II incorpora el nuevo sistema de detección DynaMax XR y la nueva fuente DuraBrite™.

El sistema de detección de DynaMax XR permite la cuantificación lineal a más de seis órdenes de magnitud, aumentando el rango efectivo de análisis del instrumento y reduciendo los requisitos de la preparación de la muestra. La fuente DuraBrite está diseñada para aumentar la robustez con matrices sucias. El nuevo volumen iónico cerrado para Impacto Electrónico aumenta las prestaciones para análisis de muestras ambientales. Gracias a un

pre-filtro curvado y a la fuente DuraBrite, el DSQ II reduce significativamente el ruido de los neutros, mejorando la sensibilidad, incluso a niveles de pocos femtogramos. Este innovador instrumento proporciona una sensibilidad mejorada, un mayor rango lineal extendido, y un rápido barrido para los niveles más bajos de detección. Con mejoras en la fuente y el detector, el nuevo DSQ II es ideal para aplicaciones de rutina en GC/MS en análisis ambiental, alimentario, forense y toxicológico.

Tres configuraciones de bomba turbomolecular proporcionan capacidades y flexibilidad ampliadas para una gran variedad de usos: 70 litros por segundo para aplicaciones en impacto electrónico/espectrometría de masas, 250 litros por segundo para ionización química o sondas de sólidos y de división de flujo 200/200 para las máximas prestaciones con bombeo diferencial. Las mejoras en la sonda de intercambio de volumen iónico, ionización química, sondas para sólidos e ionización positiva y negativa pulsada (PPINICI) están también disponibles.

El DSQ II ofrece la más rápida velocidad de barrido en un sistema cuadrupolar con velocidades superiores a 11.000 amu/sec. El DSQ II se ofrece en modo estándar con las opciones en modo full scan y selección de iones secuencial (SIM) simultáneas. Estas utilidades proporcionan una sensibilidad mejorada en SIM y la máxima confianza en los espectros en barrido completo. El poderoso software Xcalibur™ proporciona un control completo del sistema del GC/MS, mientras que paquetes de software específicos para aplicaciones como EnviroLab™, Forms 2.0, y ToxLab™, y ToxLab 2.0 ofrecen plantillas para análisis ambiental y toxicológico que permiten integrar flujos de trabajo.



Thermo Scientific es una marca de Thermo Fisher Scientific, el líder mundial al servicio de la ciencia.

Para más información del Thermo Scientific Accela pueden visitar [www.thermo.com/accela](http://www.thermo.com/accela), llamar al +34 914845965 o al +34 932230918 o enviar un e-mail a [analyze.es@thermofisher.com](mailto:analyze.es@thermofisher.com).



## DIONEX: LA EXTRACCIÓN ACELERADA DE SOLVENTES -ASE-, COMO TÉCNICA AFÍN A LA CROMATOGRFÍA.

ASE (Accelerated Solvent Extraction) es una técnica automatizada de extracción que utiliza los mismos disolventes que los métodos de extracción habituales pero en cantidades mucho más pequeñas y disminuyendo la exposición del analista.

ASE consigue resultados equivalentes a otros métodos tradicionales, en tiempos mucho más cortos, ya que funciona a temperatura y presión aumentadas para favorecer la cinética del proceso de extracción. La presión elevada permite aumentar la temperatura, manteniendo el disolvente en estado líquido.

ASE ha sido aceptado como método oficial por entidades internacionales como la Environmental Protection Agency, EPA Method 3545, pudiéndose utilizar para la extracción en muestras sólidas o semisólidas.

La rápida expansión del uso de este método de extracción en estos últimos años ha permitido que en este momento haya más de 500 referencias de literatura que describen diferentes aplicaciones del sistema. Entre ellos cabe destacar los últimos avances en la utilización de fases para incorporar parte de la purificación en la célula de extracción.

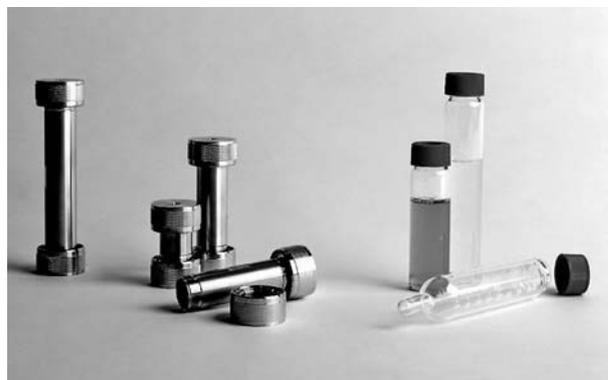
Dos ejemplos recientes de los desarrollos en este campo:



## ASE ha sido elegido como método oficial de extracción para dioxinas de alimentación humana y animal en Europa

El Instituto Holandés de Investigación de Pesca comenzó un proyecto de investigación llamado DIFFERENCE (Dioxin Analysis in Food and Feed, Referent Methods and New Certified Referent Materials) y en el que han colaborado algunos centros de prestigio de España. El proyecto se enfocó en el desarrollo de métodos alternativos para el análisis de dibenzo-p-dioxinas cloradas, dibenzofuranos, y moléculas similares como PCB's en alimentos.

La conclusión a que se llegó es que ASE es la mejor técnica para la extracción de dioxinas en este tipo de matrices no sólo por la velocidad de extracción, sobre todo porque también permite eliminar algunos pasos de purificación añadiendo una fase que retenga grasa y una pequeña cantidad de carbono activo. Para más información visitar la página web: [www.dioxins.nl](http://www.dioxins.nl).



## El diseño de flujo de ase permite la extracción con fraccionamiento de lípidos en muestras biológicas.

Se ha desarrollado un método de extracción ASE para fraccionar lípidos neutros no polares y fosfolípidos polares en muestras biológicas. El fraccionamiento tiene lugar en una célula de extracción de ASE que contiene un absorbente especial que retiene fosfolípidos polares mientras que se extraen los lípidos no polares.

Una vez que los lípidos no polares son extraídos con una mezcla de disolventes no polares, se extrae entonces la célula con una mezcla de disolventes polares, que eluye los fosfolípidos en un vial de colección separado.



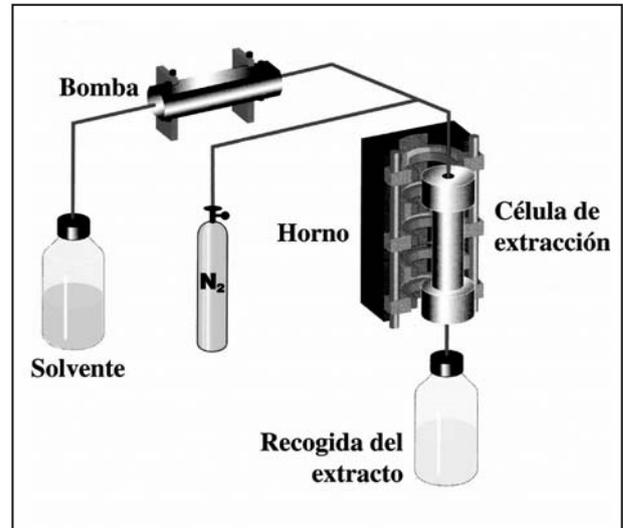
## NOVEDADES TÉCNICAS

La utilización del controlador de disolventes permite la extracción consecutiva con diferentes disolventes en una única muestra. Se puede encontrar más información de esta aplicación en el artículo:

J. Poershmann, R. Carlson . New Fractionation Écheme for Lipid Classes Based on “In-Cell Fractionarion” Using Sequential Pressurized Liquid Extraction. Journal of Chromatography A. 2006. 1127, 18-25.

Contacte con VERTEX Technics para mayor información. VERTEX Technics es el distribuidor de DIONEX en España: [www.vertex.es](http://www.vertex.es)

Of. Barcelona: 93 223 33 33  
Of. Madrid: 91 324 00 14  
Of. Bilbao: 94 447 19 99  
Of. Valencia: 96 135 21 91  
Of. Vigo: 98 670 00 72



**IMPRESO DE SOLICITUD  
DE AYUDAS PARA ASISTENCIA A CONGRESOS**

---

**DATOS PERSONALES DEL SOLICITANTE:**

Apellidos: \_\_\_\_\_

Nombre : \_\_\_\_\_

DNI o pasaporte: \_\_\_\_\_

**Dirección postal del Centro de Trabajo:**Centro de Trabajo: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

Calle o plaza: \_\_\_\_\_ n.º: \_\_\_\_\_ letra: \_\_\_\_\_

Localidad: \_\_\_\_\_ CP: \_\_\_\_\_ Provincia: \_\_\_\_\_

Teléfono: \_\_\_\_\_ Fax: : \_\_\_\_\_

Correo electrónico: \_\_\_\_\_.

**SOLICITA:**

AYUDA para asistencia al CONGRESO/REUNIÓN \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ organizado por \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_, que se celebra en \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ durante los días \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ del 200\_,

según las condiciones que figuran en el Anexo.

---

## DATOS DE LA COMUNICACIÓN QUE SE PRESENTA:

Título: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

- Exposición Oral  Exposición Cartel

## OTRAS SUBVENCIONES:

¿Se han solicitado otras ayudas para la asistencia al Congreso?

- SI  
Cite cuáles: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

- NO

## DOCUMENTACIÓN QUE SE ADJUNTA:

- Carta del Director de Tesis, Proyecto o del Grupo de Trabajo, certificando los puntos 1.1. a 1.3 del Anexo.  
 Justificante de **aceptación** de la Comunicación que se presenta al Congreso.  
 *Currículum Vitae* del solicitante.  
 Otros que considera de interés (especificar):

\* \_\_\_\_\_  
\* \_\_\_\_\_  
\* \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_, \_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 200\_\_

Fdo.: \_\_\_\_\_

---

# IMPRESO DE SOLICITUD DE AYUDAS PARA ASISTENCIA A LAS REUNIONES CIENTÍFICAS DE LA SECyTA

---

## DATOS PERSONALES DEL SOLICITANTE:

Apellidos: \_\_\_\_\_

Nombre : \_\_\_\_\_

DNI o pasaporte: \_\_\_\_\_

## Dirección postal del Centro de Trabajo:

Centro de Trabajo: \_\_\_\_\_

Calle o plaza: \_\_\_\_\_ n.º: \_\_\_\_\_ letra: \_\_\_\_\_

Localidad: \_\_\_\_\_ CP: \_\_\_\_\_ Provincia: \_\_\_\_\_

Teléfono: \_\_\_\_\_ Fax: : \_\_\_\_\_

Correo electrónico: \_\_\_\_\_.

## DATOS DE LA COMUNICACIÓN QUE SE PRESENTA:

Título: \_\_\_\_\_

 Exposición Oral Exposición Cartel

## OTRAS SUBVENCIONES:

¿Se han solicitado otras ayudas para la asistencia al Congreso?

 SI

Cite cuáles: \_\_\_\_\_

 NO

## DOCUMENTACIÓN QUE SE ADJUNTA:

 Carta del Director de Tesis, Proyecto o del Grupo de Trabajo, certificando los puntos 1.1. a 1.3 del Anexo. Justificante de aceptación de la Comunicación que se presenta al Congreso. Currículum Vitae del solicitante. Otros que considera de interés (especificar):

\* \_\_\_\_\_

\* \_\_\_\_\_

\* \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_, \_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 200\_\_

Fdo.: \_\_\_\_\_

**LA ASISTENCIA A CONGRESOS/REUNIONES  
DE CARÁCTER NACIONAL O INTERNACIONAL**

(aprobadas por la Junta de Gobierno de la SECyTA en sesión celebrada el 30 de junio de 2004)

**1. Requisitos generales para optar a una beca concedida por la SECyTA.**

- 1.1. Ser miembro de la SECyTA.
- 1.2. Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o Trabajo de Investigación en un Centro de Investigación.
- 1.3. El solicitante no debe disponer de un contrato laboral estable.

**2. Para asistencia a Reuniones de la SECyTA.**

- 2.1. Se establece la posibilidad de conceder un máximo de 2 Becas por Investigador Senior (socio de la SECyTA) inscrito a la Reunión y que avala los requisitos del punto 1.

**3.- Para asistencia a Reuniones Internacionales.**

- 3.1. Ser miembro de la SECyTA con una antigüedad superior a 1 año.
- 3.2. Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o Trabajo de Investigación (como mínimo, en su segundo año) en un Centro de Investigación.
- 3.3. No haber disfrutado de otra beca semejante concedida por la SECyTA durante la realización del Trabajo de Investigación.
- 3.4. Se establece la necesidad de que se trate de Congresos relacionados con el fin de la SECyTA o bien que la SECyTA figure como colaboradora o coorganizadora del Congreso.
- 3.5. El Solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en español y en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la Página Web de la Sociedad. Si se han concedido distintas becas, deberán preparar un informe conjunto.

**LA ASISTENCIA A CONGRESOS/REUNIONES ORGANIZADOS  
POR LA SECYTA****1. Requisitos generales para optar a una beca concedida por la SECyTA.**

- 1.1 Ser miembro de la SECyTA.
- 1.2 Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o Trabajo de Investigación en un Centro de Investigación.
- 1.3 El solicitante no debe disponer de un contrato laboral estable.

**2. Para asistencia a Reuniones de la SECyTA.**

- 2.1 Se establece la posibilidad de conceder un máximo de 2 Becas por Investigador Senior (socio de la SECyTA) inscrito a la Reunión y que avala los requisitos del punto 1.

**En cualquiera de los casos, las solicitudes deben enviarse a la SECRETARIA de la SECyTA, a la siguiente dirección postal:**

*Dra. Mercedes Torre Roldán  
Dep. Química Analítica e Ingeniería Química  
Facultad de Química, Campus Universitario  
Universidad de Alcalá  
28871 Alcalá de Henares, Madrid  
o a la siguiente dirección de correo electrónico: mercedes.torre@uah.es*



La gama más completa de gases, materiales y servicios específicos para análisis e investigación.

Pensando en las necesidades específicas de los laboratorios, Air Liquide ofrece con la Gama Alphagaz, una oferta totalmente adaptada a los requerimientos de pureza de la cadena analítica.

Los gases puros y mezclas, los materiales e instalaciones, así como los servicios de la Gama Alphagaz, son la mejor solución para instrumentación analítica e investigación, a partir de la gestión, el mantenimiento y el control de todos los sistemas por parte de Air Liquide.

*Air Liquide contribuye a la fabricación de múltiples productos de nuestro día a día y a la preservación de la vida, dentro de una gestión de desarrollo sostenible, gracias a soluciones innovadoras basadas en las últimas tecnologías.*



# Gases de pureza garantizada en su laboratorio

# Waters

Ayer. ♂

♀ Hoy.

## Acquity

Ultra Performance LC

Presentamos el nuevo sistema Waters® ACQUITY Ultra Performance Liquid Chromatography™ (UPLC™). Ultra rapidez, ultra sensibilidad y ultra resolución que rebasan los límites de la HPLC de hoy para entrar en un nuevo dominio de ultra productividad y ultra prestaciones. Basada en los mismos principios fundamentales que la HPLC la UPLC™ permite expandir las aplicaciones de la cromatografía líquida a extremos no imaginados hasta ahora. Ya es posible ver más claro. ACQUITY UPLC™ de Waters: más confianza en los resultados.

Visite [www.ultraperformance.com](http://www.ultraperformance.com)



For Complete ♀ Confidence

### Waters Cromatografía, S.A.

Ronda de Can Fatjó 7A • Parc Tecnològic del Vallès • 08290 Cerdanyola del Vallès

Tel. 936 00 93 00 • Fax 936 00 93 60

Avenida de Europa, 21 • Parque Empresarial La Moraleja • 28810 Alcobendas

Tel. 912 03 91 00 • Fax 916 61 08 55

[www.waters.com](http://www.waters.com) • eMail [spain@waters.com](mailto:spain@waters.com)