

Cromatografía y

Técnicas

A fines

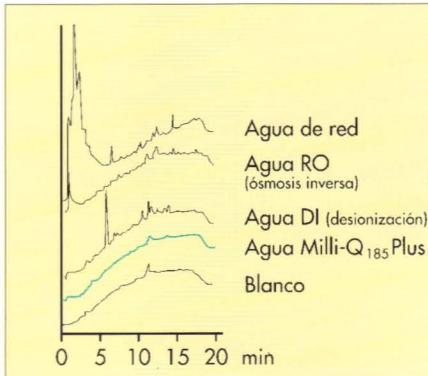
**Boletín del Grupo de Cromatografía
y Técnicas Afines de la Real Sociedad
Española de Química**

Volumen 17. Núm. 1 (1996)

Agua ultrapura para HPLC, GC, GC/MS, IC, AA, análisis de COT...

Un nuevo patrón de calidad de agua:

Análisis mediante HPLC del agua Milli-Q₁₈₅Plus



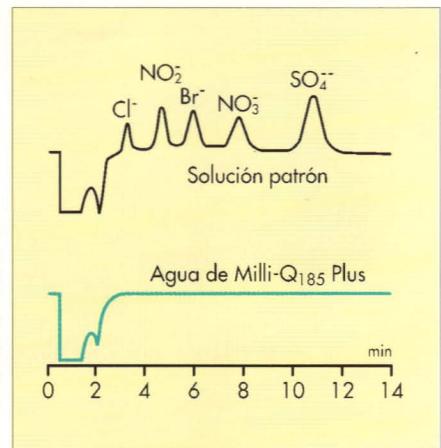
Los análisis de materia orgánica mediante HPLC, comparando diversos tipos de agua (agua de red, agua purificada por ósmosis inversa, agua desionizada y agua de Milli-Q₁₈₅Plus) han demostrado que el sistema Milli-Q₁₈₅Plus produce agua de calidad superior a la purificada por cualquier otro método.

Lo mismo se ha demostrado con las mediciones directas de COT en línea, a la salida del sistema de purificación de agua, realizadas con el nuevo Monitor de COT Millipore A10.

Análisis mediante cromatografía iónica (IC) del agua Milli-Q₁₈₅Plus

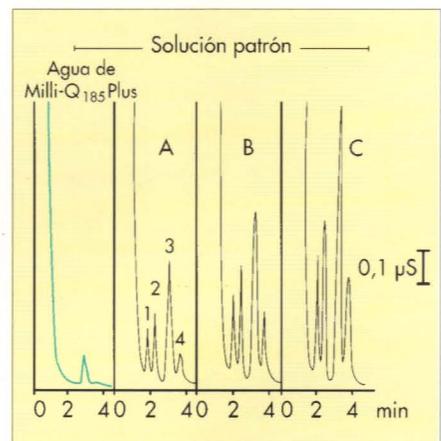
Aniones

Cromatogramas de una solución patrón (Cl^- : 2 ppb; NO_2^- : 4 ppb; Br^- : 5 ppb; NO_3^- : 5 ppb; SO_4^{2-} : 5 ppb) y de agua de Milli-Q₁₈₅Plus. En las mismas condiciones, los cinco aniones son indetectables en el agua de Milli-Q₁₈₅Plus.

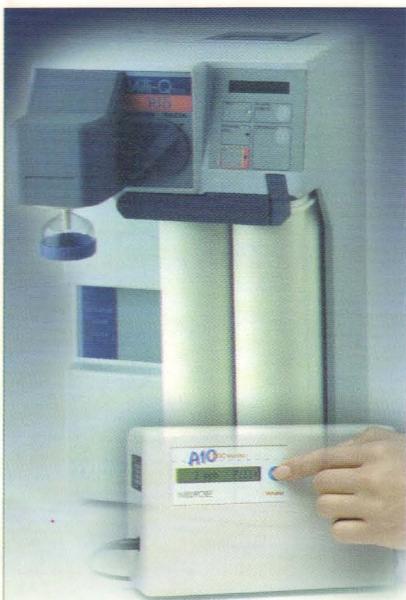


Cationes

Cromatogramas de tres soluciones patrón (Li^+ : 25, 50 y 75 ppt; Na^+ : 125, 250 y 375 ppt; NH_4^+ : 125, 250 y 375 ppt; K^+ : 250, 500 y 750 ppt) y de agua de Milli-Q₁₈₅Plus. En las mismas condiciones, los cuatro cationes son indetectables en el agua de Milli-Q₁₈₅Plus, o aparecen a concentraciones muy inferiores a las del patrón más diluido.



Grado "Milli-Q₁₈₅Plus". No se conforme con menos.



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

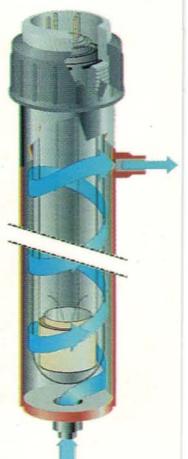
Por ello, Millipore ha establecido un nuevo patrón de calidad, el grado "Milli-Q₁₈₅Plus": agua ultrapura de calidad superior al tipo I (COT menor de 5 ppb y resistividad real de 18,2 MΩ·cm).

Además de darle agua de la mejor calidad, Millipore le permite comprobar que su equipo funciona como está especificado: el nuevo Monitor de COT Millipore A10 realiza la medición en línea del nivel de contaminantes orgánicos de su agua ultrapura.

Solicite documentación técnica sobre el sistema Milli-Q₁₈₅Plus y el Monitor de COT Millipore A10, a la División de Purificación de Agua de Millipore Ibérica, S.A. (tel.: 91 - 729 03 00 ó 93 451 70 00; fax: 91 - 729 29 09 ó 93 - 451 60 48)

Correo electrónico: iberica@millipore.com

Web: <http://www.millipore.com/local/spain>



Tecnología de foto-oxidación U.V. Millipore

MILLIPORE

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, julio de 1996. Vol. 17, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

2 EDITORIAL

4 HISTORIA DE LAS REUNIONES DEL GCTA

7 Electroforesis capilar: una interesante alternativa para la separación de compuestos quirales de interés medioambiental, *por M.L. Marina y A.L. Crego.*

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

16 Artículos de interés.

17 Comités editoriales.

NOTICIAS DEL GCTA

20 Próxima reunión.

23 Nuevos socios.

INFORMACIONES

24 Calendario de actividades.

NOVEDADES TÉCNICAS

25 De nuestras empresas colaboradoras.

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

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

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

Depósito legal: M-1.902-1975.

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

Editorial

Parece increíble pero pronto hará ocho años desde que salí elegido presidente del GCTA en la Reunión de la Bienal de la entonces Real Sociedad Española de Física y Química en Murcia en 1988. Sin embargo, a pesar de lo gratificante que ha resultado esta experiencia tanto en el plano personal como profesional ha llegado la hora del relevo. Me marcho con la satisfacción de haber trabajado con un excelente equipo de colaboradores y de haber conseguido metas ciertamente destacables para el GCTA. A modo de balance pienso que entre todos hemos conseguido dinamizar la vida del grupo dotándole de plena autonomía y proyección de futuro.

Cuando asumí la presidencia me marqué como objetivos prioritarios mejorar la calidad de las reuniones fuera del marco insostenible de las bienales, mejorar la proyección científica del grupo, tanto nacional como internacional, y continuar potenciando el boletín como órgano de comunicación entre todos nosotros. A estos objetivos posteriormente añadí la solicitud formulada en una de nuestras asambleas, de organizar en España una de las reuniones internacionales de cromatografía, puesto que desde la del año 1974 en Barcelona no se había hecho ninguna otra.

Hoy quiero agradecer la entusiasta colaboración de los miembros de las juntas de gobierno (cuya composición encontraréis reseñada a continuación) que me he honrado en presidir a lo largo de estos años, así como la de los diferentes presidentes de los comités organizadores de las reuniones anuales (Carmen Dorronsoro, Manuel Miró, Juan Carlos Orte y Jordi Mañes) ya que con la colaboración de todos se han logrado las siguientes metas.

Se ha institucionalizado un nuevo formato para nuestras reuniones anuales y se ha profesionalizado en lo posible su organiza-

ción y desarrollo. Como resultado, la asistencia y el número y calidad de los trabajos presentados ha aumentado significativamente en estos años, como puede comprobarse en el estudio realizado sobre la historia de las reuniones del GCTA (véase página 00). Para ello se diseñó un formato que pasaba por la participación invitada de personalidades destacadas de mundo de la cromatografía, la potenciación de los carteles como medio de presentación de resultados, las sesiones de discusión y el acercamiento a las empresas comerciales proporcionándoles un entorno digno para la exposición de sus productos. De esta forma, se ha asegurado el buen resultado científico y económico de las reuniones. Ello nos ha permitido trabajar con una economía saneada y potenciar como es debido la participación de nuestros jóvenes becarios mediante la concesión de un importante número de becas de asistencia.

El objetivo de difundir adecuadamente el trabajo de los diversos grupos del país en las distintas disciplinas y campos de aplicación de la cromatografía se ha cumplido con la publicación de los números especiales del *Journal of Chromatography* de los cuales hemos producido los volúmenes dedicados a las reuniones de San Sebastián, Granada, Barcelona y Peñíscola. Ello sin contar con los trabajos publicados en números regulares de la revista en los años en los que no se ha editado un número especial, como por ejemplo, los de la Reunión de Exoanalítica en Madrid en 1995. Todo este esfuerzo culminará con la celebración en Granada de la Reunión Internacional de HPLC en 1999, cuya nominación conseguí tras múltiples gestiones en la Reunión de HPLC'94 en Minneapolis.

Por último, la importancia y calidad del boletín semestral como medio de difusión de nuestras actividades y comunicación entre los miembros del grupo sigue aumentando

llevado de la mano experta de la directora y su equipo de colaboradores.

Desde estas páginas quiero agradecer la colaboración que he recibido a lo largo de estos años para llevar adelante estos objetivos y naturalmente deseo muchos éxitos a la nueva junta directiva que tomará el relevo en la próxima reunión de las Jornadas de Análisis Instrumental en Expoquimia.

Emilio Gelpí

Junta 1988

Presidente:

E. Gelpí Monteys.

Vicepresidentes:

M.V. Dabrio y María Teresa Galcerán.

Secretario:

Joan Grimalt Obrador.

Tesorero:

Elena Fernández Sánchez.

Vocales:

Lluís Comellas, Marta Herráiz, Luis Gascó, Xavier Guardino, José María Sicilia y Joan Solé Ribalta.

Junta 1990

Presidente:

E. Gelpí Monteys.

Vicepresidentes:

María Teresa Galcerán y Jesús Sanz Perucha.

Secretario:

Joan Grimalt Obrador.

Tesorero:

Lluís Comellas Riera.

Vocales:

Daniel Gómez Ventero, Marta Herráiz, Luis Gascó, María José González Carlos, Xavier Guardino, Issa Katime y Joan Solé Ribalta.

Junta 1992

Presidente:

E. Gelpí Monteys.

Vicepresidentes:

María Teresa Galcerán y Jesús Sanz Perucha.

Secretario:

Xavier Guardino.

Tesorero:

Lluís Comellas Riera.

Vocales:

Carmen Dorronsoro, Daniel Gómez Ventero, Joan Grimalt, María José González Carlos, Issa Katime, María Luisa Marina, Guillermo Reglero y Joan Solé Ribalta.

Junta 1994

Presidente:

E. Gelpí Monteys.

Vicepresidentes:

María Teresa Galcerán y María José González Carlos.

Secretario:

Xavier Guardino.

Tesorero:

Lluís Comellas Riera.

Vocales:

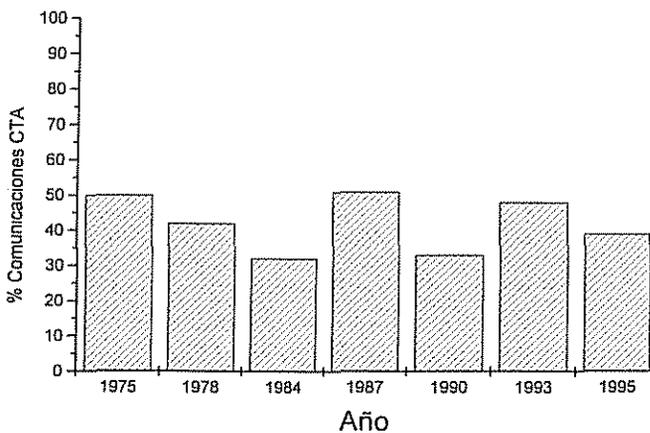
José Carlos Díez Masa, Carmen Dorronsoro, Joan Grimalt, María Luisa Marina, Guillermo Reglero, Amadeo Rodríguez Fernández-Alba, Joan Solé Ribalta y Enrique Torija.

Historia de las reuniones del GCTA

Las reuniones científicas del grupo no han seguido nunca una pauta fija, sino, al contrario, se han adaptado a la marcha cambiante que imponen el desarrollo científico y las circunstancias de momento, y este dinamismo ha sido seguramente la base de su éxito.

La primera reunión científica tuvo lugar en Oviedo, en 1973, en el seno de la XVI Reunión Bienal de la entonces Real Sociedad Española de Física y Química. En una sesión realmente rápida y ágil, algunos de los fundadores del GCTA, varios jóvenes becarios (hoy socios de pro) y otros cromatografistas presentaron 27 comunicaciones en cuatro horas y media (no consta si hubo pausas y además era sábado). El programa de la sesión se reproduce al final de este texto.

La segunda reunión fue de mucha más categoría y representó un salto cualitativo realmente notable: nada menos que el 10º Simposio Internacional de Cromatografía, que se celebró en Barcelona con gran éxito. Esta ha sido hasta la fecha el único certamen de la serie de reuniones internacionales periódicas que se ha celebrado en España. Desde entonces el Grupo no ha dejado de participar en la organización de distintos congresos nacionales e internacionales, tanto de forma corporativa como a través de la participación de algunos de sus miembros en los comités científicos y organizadores de los mismos. En 1975 el GCTA acudió a las primeras Jornadas de Análisis Instrumental, aportando un 50% de las comunicaciones totales. Desde entonces, el Grupo ha participado en todas las ediciones de estas jornadas (con un porcentaje de comunicaciones que sigue siendo muy próximo al 50%: ver el diagrama de barras en la figura 1).

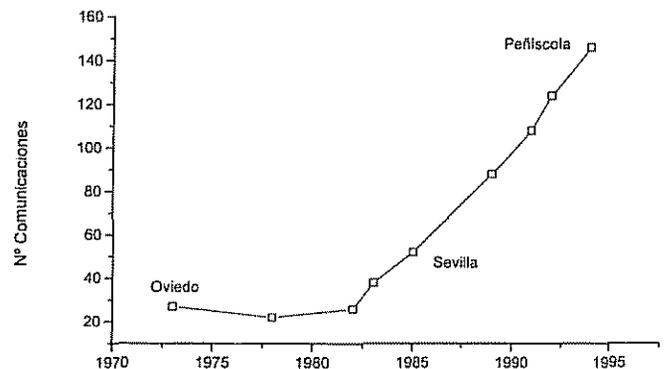


Aportación de las técnicas cromatográficas y afines a las Jornadas de Análisis Instrumental (JAI), expresadas como % de comunicaciones de estos temas sobre el total de las presentadas.

Desde 1978 y hasta 1988 el grupo participó en todas las reuniones bienales de la RSEQ, donde organizaba el Simposio de Cromatografía, pero la masificación de las bienales obligó a realizar nuestra reunión científica por separado. El año 1984 los socios del GCTA se esforzaron mucho, acudiendo en septiembre a la Bienal de Castellón y en noviembre a las JALs en Barcelona, con 31 y 17 comunicaciones, respectivamente, lo que para la época suponía un buen total. Los años sin JALs ni bienal se organizaba la reunión de forma independiente: Córdoba, Madrid, Oviedo y Sevilla acogieron estos encuentros que tenían un formato variable, centrando el peso de la reunión en mesas redondas, en conferencias o en carteles.

En este período se empezó a insistir en la necesidad de dar más relieve a los carteles, y tras algunos intentos, se organizaron sesiones de discusión que se han mantenido hasta el momento a plena satisfacción de todos. También se introdujo como norma la participación de científicos invitados de instituciones extranjeras y la publicación de los trabajos de mayor relieve en el *Journal of Chromatography*.

La reunión de Reus en 1989 significó un gran avance en cuanto a número de comunicaciones y a despliegue de medios (se alquiló por primera vez un palacio de congresos para una reunión nacional); las reuniones sucesivas (San Sebastián, Granada, Peñíscola y las JALs intermedias) han seguido aumentando el número de asistentes y el de trabajos presentados (obsérvese el crecimiento que muestra el diagrama de la figura 2). También en esta época se iniciaron los cursos breves "precongreso". En muchas de estas reuniones, y casi desde el principio, se ha celebrado, paralelamente, una exposición comercial. Alternativamente, nuestra participación en las JALs



Número de comunicaciones presentadas en las reuniones del GCTA, desde 1975 (primera reunión en Oviedo) hasta la de 1995 (en Peñíscola). No se han marcado todos los puntos, ya que la tendencia es muy clara, y faltan algunos datos de la primera época.

se ha ido fortaleciendo hasta habernos convertido, probablemente, en el más activo de los grupos que participan en estas jornadas.

Aunque las extrapolaciones son extremadamente peligrosas, la tendencia observada es lo suficientemente clara como para permitir al GCTA un optimismo razonable en los próximos años.

Hay quien opina que el secreto de este éxito tiene que ver con el hecho de elegir lugares atractivos, o que depende del ambiente de intercambio que se consigue, o de la actuación del comité organizador de cada evento. Seguramente todo eso cuenta, pero como se trata de tres variables absolutamente independientes y bastante aleatorias, es muy posible que exista algún otro factor que lo explique.

* * *

PROGRAMA DE LA PRIMERA REUNIÓN

SECCION 9. QUIMICA ANALITICA E INSTRUMENTAL.

Sábado, 29. De 9 a 13.30 horas.

9.5. Análisis cromatográfico.

Mesa

Presidente: Prof. S. Vicente y Prof. M. Román.

Secretario: Dr. J. M. Cano Pavón.

Cromatografía de absorción en capa fina con fase móvil gaseosa.

F. Jimeno de Osso. Junta de Energía Nuclear Madrid.

Recolección de microfracciones a la salida del cromatógrafo de gases para obtener los espectros de masas.

Ángel Díez-Cascón y Miguel Gassiot Matas

Estudio de la composición de destilados vínicos mediante cromatografía GL y análisis sensorial.

M. D. Cabezudo, E. Fernández de Gorostiza y C. Llaguno. Instituto de Fermentaciones Industriales Madrid.

Detección y medida de residuos de PCB y organo-mercúricos por cromatografía gas-líquido.

G. Baluja, M. A. Murado y S. Castro. Instituto de Química Orgánica Madrid.

Aplicación de la cromatografía de gel filtración a la separación de los DI-3.5, dinitrobenzoatos de algunos dioles.

J. Oriol Pascual Calveras y J. Costabella Costa. Instituto Químico de Sarriá. Barcelona.

Separación de algunos ftalatos por cromatografía de gel filtración.

J. Oriol Pascual Calveras y J. Solís Riestra. Instituto Químico de Sarriá. Barcelona.

Optimización de las condiciones de trabajo en cromatografía de exclusión iónica.

J. Oriol Pascual Calveras y C. Bertrand Elizalde. Instituto Químico de Sarriá. Barcelona.

Uso de trazadores y cromatografía de gases en la oxidación de metilal.

J. A. García Domínguez, M. L. Molera y J. M. Santiuste. Instituto de Química-Física "Rocasolano" Madrid.

Columnas mixtas hechas de encargo en cromatografía de gases-programa complementario a la parte II.

M. J. Molera, A. García Domínguez y J. Fernández Biarge. Instituto de Química-Física "Rocasolano". Madrid.

Aplicación de modelos de regresión lineal al análisis cuantitativo mediante CGL.

N. del Hoyo, J. M. Fraile y M. D. Cabezudo. Instituto de Fermentaciones Industriales. Madrid.

Separación por tamiz molecular del naranja de xilenol comercial.

V. Lillo Jover, A. Cabrera Martín y F. Burriel Martí. Departamento de Química Analítica. Universidad Complutense. Madrid.

Naranja y seminaranja de xilenol: formación de lacas. Aplicación cromatográfica.

V. Lillo, A. Cabrera y F. Burriel. Departamento de Química Analítica. Universidad Complutense. Madrid.

Nuevo tratamiento del vidrio Pyrex y sus aplicaciones a la desactivación de columnas capilares.

J. C. Díez, J. L. Oteló y M. V. Dabrio. Centro Nacional de Química Orgánica e Instituto de Cerámica y Vidrio. Madrid.

Control por C. G. L. de la síntesis del Trithion y de sus derivados.

P. González, M. Pérez y M. Angoso. Junta de Energía Nuclear Madrid.

CGL de TMS, derivados orgánicos de interés.

F. J. López Aparicio, A. G.-G., L. de H. Rodríguez Alonso. Departamento de Química Orgánica. Granada.

Pirolisis-cromatografía de gases de algunos esteroides.

E. Juliá Danes y M. Gassiot Matas. Departamento de Investigación de Hispano Química Houghton. Instituto Químico de Sarriá. Barcelona.

Alteraciones de los esteroides por agentes de gran superficie.

M. Cruz Sánchez Dalmau y M. Gassiot Matas. Instituto Químico de Sarriá. Barcelona.

Determinación de trazas de demosterol en extractos de lípidos de cerebro humano.

G. Firpo Pamies y M. Gassiot Matas. Instituto Químico de Sarriá. Barcelona.

Métodos de ajuste de algunas funciones matemáticas a picos cromatográficos reales.

E. Cusó, X. Guardino, J. Riera A., M. Gassiot M. Instituto Químico de Sarriá. Barcelona.

La pirocromatografía "flash" aplicada a la identificación de sustancias orgánicas complejas.

Pirocromatografía "flash" de ácidos orgánicos mono y dicarboxílicos.

V. Gómez Aranda, J. Osacar Flaquer y C. Revuelta Blanco. Departamento de Zaragoza del Instituto Nacional del Carbón y sus Derivados. Zaragoza.

Estudio analítico de la fracción industrial cumarina-indeno.

J. Bermejo y O. M. Gayol. Instituto Nacional del Carbón y Derivados. Oviedo.

Análisis de fenoles del alquitrán por cromatografía de gases.

J. Bermejo y O. M. Gayol. Instituto Nacional del Carbón y Derivados. Oviedo.

Determinación del uranio por evaluación cromatográfica en fase gaseosa del acetaldehído formado en la fotorreducción del uranio en presencia de alcohol.

J. López Morales, J. Martín Mira, J. Arenas Rosado. Junta de Energía Nuclear. Madrid.

Cromatografía en fase gaseosa de algunos alcoholes y derivados benzoilados. Estructura molecular y dispersión de los índices de retención.

J. Pías y L. Gascó. Junta de Energía Nuclear. Madrid.

Análisis de cloroderivados de los componentes del xilol.

J. Bermejo y S. R. Moinelo. Instituto Nacional del Carbón. Oviedo.

Cromatografía en fase gaseosa de 2,4-dinitrofenilhidrazonas. Estructura molecular e índices de retención.

J. Pías y L. Gascó. Junta de Energía Nuclear. Madrid.

* * *

Electroforesis capilar: una interesante alternativa para la separación de compuestos quirales de interés medioambiental

M.L. Marina y A.L. Crego

Departamento de Química Analítica

Universidad de Alcalá de Henares 28871 Alcalá de Henares (Madrid)

INTRODUCCIÓN

Las separaciones quirales se han convertido en un aspecto muy importante de las técnicas de separación. Ello se debe al enorme interés que tiene en la actualidad la separación de enantiómeros en diferentes campos entre los que cabe destacar el farmacológico o el medioambiental. En efecto, en el caso de la industria farmacéutica, uno de los dos enantiómeros de un fármaco puede ser el fisiológicamente activo mientras el otro es inactivo o incluso tóxico (1). Asimismo, en lo que se refiere a compuestos quirales perjudiciales para el medio ambiente, dos enantiómeros pueden tener diferente toxicidad o incluso uno de ellos puede no ser tóxico (2).

Las técnicas cromatográficas constituyen una importante herramienta para llevar a cabo separaciones enantioméricas ya que en la actualidad se pueden adquirir en el comercio fases estacionarias quirales. Tanto la Cromatografía Líquida de Alta Eficacia (HPLC) como la Cromatografía de Gases (GC) son las técnicas que hasta el momento se han utilizado más rutinariamente y de forma complementaria para este tipo de separaciones. Sin embargo, en los últimos años se ha desarrollado otra técnica instrumental que constituye una interesante alternativa a las técnicas de HPLC y GC: la Electroforesis Capilar (CE) (3). La realización de separaciones electroforéticas en tubos capilares de unas cuantas decenas de micras de diámetro interno ha demostrado proporcionar elevadas eficacias y tener un enorme poder de resolución (4,5). Aunque en sus inicios la CE estuvo limitada a la separación de compuestos cargados, la introducción de un sistema micelar en el tampón de separación en 1984 (6) dio lugar a la técnica denominada Cromatografía Electrocinética Micelar (MEKC) que permitió ampliar el rango de aplicación de la CE a compuestos no cargados (7). La limitación de la GC a la separación de compuestos volátiles o la limitada eficacia que en ocasiones pueden ofrecer las técnicas de HPLC repercutiendo ello también en una disminución de la sensibilidad, ha hecho que las técnicas de CE representen una interesante alternativa al combinar la elevada eficacia de la GC con la versatilidad de las técnicas de HPLC en cuanto a selectividad

y rango de aplicación (8). El empleo de los principios y aditivos originalmente desarrollados para la separación de mezclas quirales en HPLC en las técnicas de CE ha dado lugar a que en la actualidad estas técnicas se utilicen ampliamente para realizar separaciones enantioméricas (9-11). Además de todas las consideraciones que se acaban de mencionar y que ponen de manifiesto las enormes posibilidades de la CE en el campo de las separaciones enantioméricas, hay que añadir que la CE se puede considerar dentro del grupo de las llamadas *técnicas analíticas limpias* por los pequeños volúmenes de fase móvil (disolución electrolítica) y de muestra que son necesarios para llevar a cabo las separaciones por esta técnica. Ello le confiere a la CE un doble interés desde el punto de vista medioambiental.

Las aplicaciones de la CE a la separación de mezclas quirales se han descrito sobre todo para fármacos (12-16). En este trabajo se pretende poner de manifiesto las posibilidades de esta técnica para la separación de enantiómeros de compuestos de interés medioambiental. Aunque se han utilizado otras técnicas de CE para realizar separaciones de compuestos quirales (Isotacoforesis, Electroforesis Capilar en Gel, Electrocromatografía) (10) se hará referencia únicamente a las técnicas de Electroforesis Capilar de Zona (CZE) y MEKC por ser las que se han utilizado fundamentalmente en el análisis de compuestos de interés medioambiental.

Separaciones quirales por Electroforesis Capilar de Zona (CZE)

Es el modo de trabajo más sencillo en CE ya que el capilar sólo contiene la disolución electrolítica. Si se asume un capilar cuya superficie está cargada negativamente, existirá un flujo electroosmótico catódico que si es lo suficientemente grande, arrastrará también en este sentido a las sustancias cargadas negativamente cuya migración electroforética sería anódica (17). La diferente migración electroforética de los distintos analitos es lo que permite su separación en el capilar eluyendo en primer lugar las sustancias cargadas positivamente, en segundo lugar las neutras (no separadas entre sí) y por último los solutos cargados negativamente.

Las separaciones quirales por CZE se llevan a cabo usualmente añadiendo un selector quiral a la disolución electrolítica. La reacción de complejación entre el enantiómero y el selector quiral se puede comparar con el reparto de un analito entre una fase móvil y una pseudofase. Mientras en HPLC la eficacia está limitada por el perfil de flujo laminar, término de transferencia de masa y posibles interacciones adicionales con los grupos silanoles residuales de la fase estacionaria, en general en CE se obtienen elevadas eficacias debido al perfil plano que se origina y a una homogénea distribución del selector quiral en la disolución electrolítica que minimiza el término de transferencia de masa (9).

Aunque existen varios principios de separación quiral por CZE (18), el más utilizado en la separación de contaminantes ha sido la formación de complejos de inclusión. En CZE se han empleado fundamentalmente dos tipos de compuestos para formar complejos de

inclusión con los enantiómeros: las ciclodextrinas y los éteres corona quirales, siendo las ciclodextrinas los ligandos más empleados en los trabajos realizados sobre contaminantes. Las ciclodextrinas son oligosacáridos cíclicos que consisten en seis, siete u ocho unidades de glucopiranosas y que se corresponden con los nombres de α , β y γ -ciclodextrinas. La estructura de las ciclodextrinas es como la de un cono truncado con una cavidad hidrófoba. Se han obtenido derivados de estas ciclodextrinas con el fin de aumentar su solubilidad en agua y modificar el tamaño de la cavidad. El reconocimiento quiral se basa en la inclusión de un grupo aromático o alquilo en la cavidad además de enlaces de hidrógeno entre grupos hidroxilo secundarios de la ciclodextrina y sustituyentes del enantiómero.

La separación de diferentes fenoxiacidos en sus enantiómeros se ha llevado a cabo por CZE (19-21). Las condiciones experimentales en las que se han

Tabla I. Condiciones experimentales utilizadas en separaciones enantioméricas por CZE.

COMPUESTOS	SELECTOR QUIRAL	TAMPÓN	VOLT	INYECCIÓN	DETECCIÓN	OBSERVACIONES	REF.
Ácido 2-(2-metil-4-clorofenoxi)-propiónico; Ácido 2-(2-metil-4,6-diclorofenoxi)-propiónico; Ácido 2-(2,4-diclorofenoxi)-propiónico	α -Ciclodextrina β -Ciclodextrina Heptakis (2,6-di-O-metil)- β -Ciclodextrina	Acetato de litio 0,05 M (pH 4,8)	30 kV	Hidrodinámica (presión) (20 mbar x 6 s)	UV 200 nm	Determinación de impurezas en muestras de producción a niveles menores que 1 mg/g respecto al componente principal	19
Ácido 2-(metil-4-clorofenoxi)-propiónico (MCP) Ácido 2-(2,4-diclorofenoxi)-propiónico (DP)	Heptakis (2,6-di-O-metil)- β -Ciclodextrina	Acetato de litio 0,03 M (pH 4,8)	30 kV	Hidrodinámica (presión) (20 mbar x 6 s)	UV 200 nm	Análisis de muestras de río con 5 ppb añadidos de MCP y DP. Preconcentración mediante amplificación de campo (volumen de muestra inyectado, 20 mL)	20
Ácido 2-(2-metil-4-clorofenoxi)-propiónico; Ácido 2-(2,4-diclorofenoxi)-propiónico Ácido 2-(2,4,5-triclorofenoxi)-propiónico;	α -Ciclodextrina Di-O-metil- β -Ciclodextrina Tri-O-metil- β -Ciclodextrina	Acetato de sodio 0,05 M (pH 4,5)	20 kV	Hidrodinámica (presión)	UV 230 nm	Estudio de la influencia de la naturaleza de la ciclodextrina y la adición de modificadores orgánicos sobre la separación de herbicidas fenoxiacidos	21
1,1'-bi-2-naftol; Ácido 1,1'-binaftil-2,2'-dicarboxílico; 1,1'-binaftil-2,2'-dihidrógeno fosfato	α -Ciclodextrina β -Ciclodextrina γ -Ciclodextrina	Fosfato 0,01 M + Borato 0,006 M (pH 9)	20 kV	Hidrodinámica (gravedad) (10 cm x 10 s)	UV 254 nm	Estudio de la influencia de la naturaleza y concentración de la ciclodextrina. Se emplea modelización molecular para calcular energías de interacción entre los enantiómeros y las ciclodextrinas	22
Ácido 1,1'-binaftil-2,2'-dicarboxílico (BNC); 1,1'-binaftil-2,2'-dihidrogenofosfato (BNP); Ácido 2,2'-dihidroxi-1,1'-binaftil-3,3'-dicarboxílico (HBNC)	Oligosacáridos no cíclicos α -1,4-dextrinas	Carbonato 0,04 M (pH 9)	15 kV	Electromigración (15 kV x 10 s)	UV 225 nm (BNC) 215 nm (BNP) 235 nm (HBNC)	Estudio del mecanismo de interacción de los binaftilos con los oligosacáridos	23

realizado estas separaciones se han agrupado en la Tabla I. El estudio de las propiedades biológicas de los isómeros de algunos de estos herbicidas ha mostrado que sólo uno de ellos es activo como herbicida. La técnica se ha aplicado a la determinación de la pureza del enantiómero obtenido en plantas de producción enantioselectivas (19). Se han comparado los resultados obtenidos en la separación de los diferentes herbicidas (quirales y no quirales) con tres tipos de ciclodextrinas, α - y β -ciclodextrinas y un derivado de esta última. La adición de heptakis (2,6-di-O-metil- β -ciclodextrina a la disolución electrolítica mejora los resultados obtenidos con β -ciclodextrina en el sentido de que permite la separación de todos los herbicidas estudiados y la separación quiral de dos de ellos (ácido 2-(2-metil-4-clorofenoxi) propiónico y ácido 2-(2,4-dicloro-fenoxi) propiónico). El empleo de α -ciclodextrina mejora aún más los resultados además de cambiar por completo la selectividad obtenida. A una concentración 0,01 M en la disolución electrolítica se separan todos los herbicidas y además se resuelven los enantiómeros de tres de ellos (los dos mencionados anteriormente y el ácido 2-(2-metil-4,6-diclorofenoxi) propiónico. Concentraciones demasiado altas, sin embargo, provocan la elución de varios picos a tiempos próximos al del flujo electroosmótico. Los resultados obtenidos para la identificación y determinación de impurezas son comparables con los obtenidos por los métodos cromatográficos. Sin embargo, los autores encuentran el método de CZE más flexible, más simple y más económico. Cambiando el selector quiral en la disolución electrolítica se tienen cambios completos de selectividad que pueden utilizarse como criterio de confirmación de impurezas.

La comparación de los resultados obtenidos en la separación quiral de tres herbicidas fenoxiácidos con diferentes ciclodextrinas nativas y modificadas (21) por CZE ha puesto de manifiesto que la Tri-O-metil- β -ciclodextrina es la que proporciona mejores separaciones tanto de los herbicidas separadamente como en mezclas de los tres. Di-O-metil- β -ciclodextrina y α -ciclodextrina separaban los enantiómeros sólo de dos de los herbicidas obteniéndose las peores separaciones con β -ciclodextrina. Con γ -ciclodextrina no pudo llevarse a cabo la separación. Finalmente, se comprobó que las separaciones mejoraban al añadir metanol a la disolución electrolítica pero debido al aumento considerable en el tiempo de análisis su utilización no se consideró ventajosa.

También se ha estudiado el efecto del tipo y concentración de ciclodextrina sobre la separación de los enantiómeros de 1,1'-bi-2-naftol, 1,1'-binaftil-2,2'-diilhidrogenofosfato y ácido 1,1'-binaftil-2,2'-dicarboxílico por CZE (22). La separación enantiomérica de derivados de binaftilo también se ha llevado a cabo por CZE utilizando oligosacáridos no cíclicos como selectores quirales en la disolución electrolítica (23) en las condiciones experimentales detalladas en la Tabla I.

Separaciones quirales por Cromatografía Electrocinética Micelar (MEKC).

La adición de un tensioactivo a concentración superior a su concentración micelar crítica (c.m.c.) a la disolución electrolítica en CE ha dado lugar a la Cromatografía Electrocinética Micelar (MEKC). Un tensioactivo es una molécula que posee dos zonas de polaridad muy diferente lo cual confiere a sus disoluciones características especiales. Poseen una parte no polar, de naturaleza hidrófoba, constituida por una cadena hidrocarbonada. La otra zona puede ser polar e incluso iónica y permite clasificar los tensioactivos en tres clases principales: iónicos (catiónicos y aniónicos), no iónicos y doblemente iónicos (zwitteriónicos). Cuando las moléculas de los tensioactivos se encuentran en disolución a concentraciones bajas existen como monómeros, pero a una concentración (c.m.c.) y temperatura determinadas, se asocian espontáneamente formando agregados submicroscópicos denominados micelas (24-27). Como consecuencia de la combinación de propiedades hidrófobas e hidrófilas dentro de las moléculas de los tensioactivos, los sistemas micelares han demostrado propiedades muy interesantes entre las que se pueden citar la capacidad para solubilizar solutos hidrófobos en disoluciones acuosas o la posibilidad de mejorar la sensibilidad y selectividad de diferentes métodos analíticos (28,29). MEKC constituye el medio para poder llevar a cabo separaciones de compuestos neutros e iónicos conservando las ventajas de la CE (30).

Los sistemas micelares más empleados en MEKC han sido los de naturaleza aniónica como el dodecilsulfato sódico (SDS). En este caso, si se tiene un capilar que genera un flujo electroosmótico catódico superior a la migración de las micelas aniónicas hacia el ánodo, éstas migrarán hacia el cátodo pero a una velocidad más pequeña que la del flujo electroosmótico. Los solutos neutros se distribuyen entre la fase micelar y la fase acuosa según sus constantes de asociación con la micela y se eluyen a un tiempo de migración comprendido entre el tiempo de migración de un soluto que se mueve con el flujo electroosmótico y el tiempo de migración de la micela o tiempo de elución de un soluto muy hidrófobo que se encuentra siempre asociado a la micela (6, 7, 31). La selectividad de separación en MEKC se puede controlar a través de un gran número de parámetros como la concentración del tampón y del sistema micelar en la disolución electrolítica y la adición de modificadores orgánicos como los alcoholes (32).

Los dos métodos más empleados en MEKC para llevar a cabo separaciones enantioméricas son: el empleo de tensioactivos quirales y la adición de selectores quirales a la disolución micelar (33).

– Separaciones enantioméricas en MEKC con tensioactivos quirales.

Los tensioactivos quirales forman agregados quirales. Si un analito interacciona con los grupos polares de un tensioactivo, entonces es posible utilizar los tensioactivos con grupos polares quirales para realizar discriminación quiral. Aunque existen numerosos tensioactivos quirales, sólo algunos han demostrado ser útiles en separaciones enantioméricas por MEKC. Estos son el N-dodecanoil-L-valinato sódico, las sales biliares, digitonina y saponinas (33). De estos, las sales biliares han sido los tensioactivos quirales empleados en la separación de compuestos orgánicos de interés medioambiental. Así, colato sódico, deoxicolato sódico y taurodeoxicolato se han empleado para separar los enantiómeros de diferentes binaftilos sustituidos por MEKC (34). Las sales biliares se han considerado como prometedoras para ser utilizadas en MEKC como pseudofases. Su estructura y comportamiento de agregación permite reconocimiento quiral. Además, la obtención de factores de capaci-

dad menores con respecto a los obtenidos con SDS que es el tensioactivo más empleado en MEKC, se considera una ventaja. Otra es que como en el caso de los sistemas de SDS, se puede ampliar el intervalo de elución por adición de modificadores orgánicos. Recientemente, se ha llevado a cabo la síntesis de nuevos tensioactivos quirales basados en el ácido (R,R)-tartárico y aminas alifáticas de cadena larga, uno de los cuales se ha utilizado para realizar separaciones quirales por MEKC (35).

Las condiciones experimentales en las cuales se han realizado estas separaciones se indican en la Tabla II junto con los resultados obtenidos por MEKC con selectores quirales.

– Separaciones enantioméricas en MEKC utilizando selectores quirales.

Los selectores quirales más empleados en esta modalidad de MEKC han sido las ciclodextrinas por lo que a este modo de trabajo se le ha denominado Cromatografía Electrocinética Micelar modificada con

Tabla II. Condiciones experimentales utilizadas en separaciones enantioméricas por MEKC

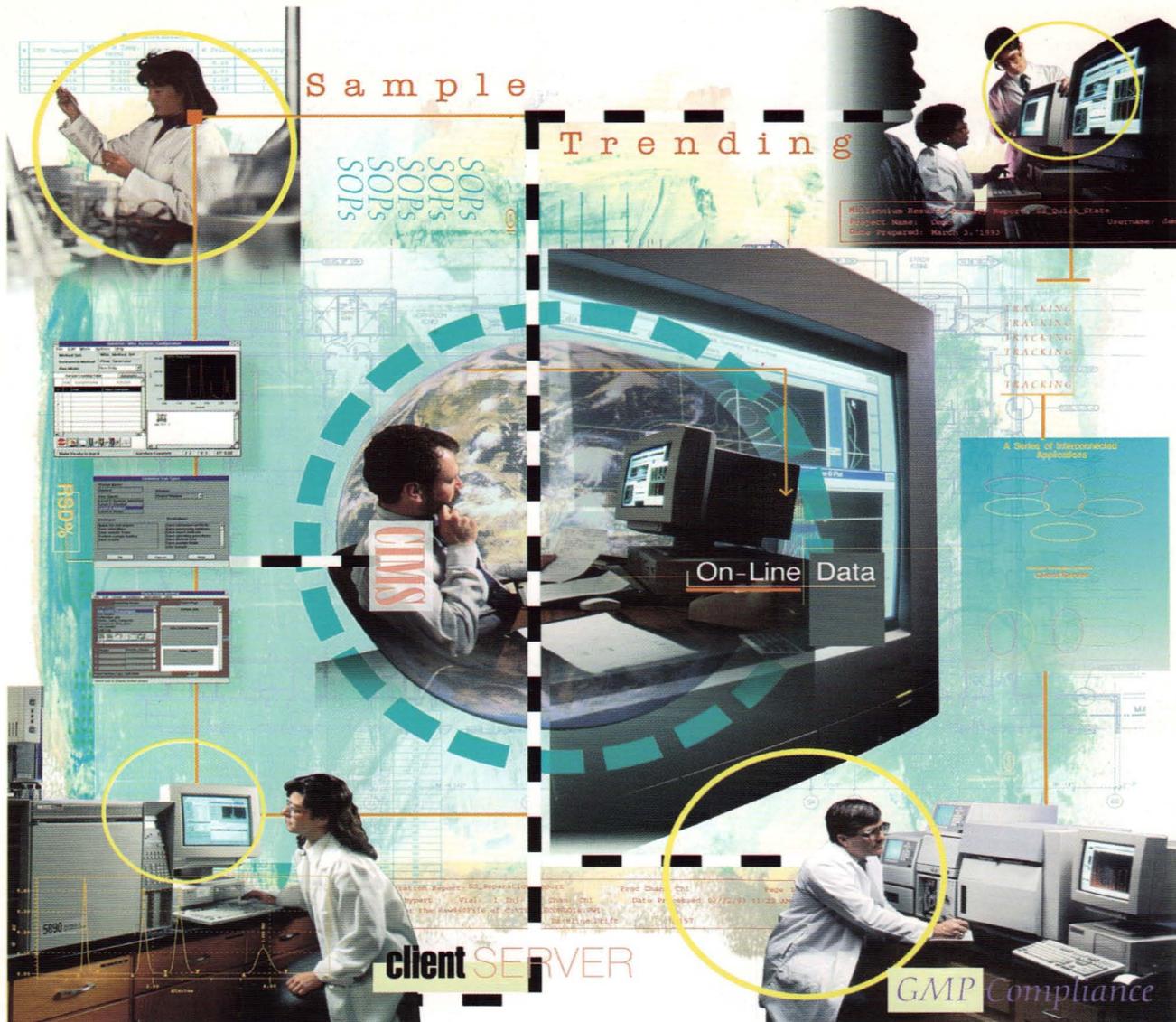
COMPUESTOS	SELECTOR QUIRAL	TAMPÓN	VOLT.	INYECCIÓN	DETECCIÓN	OBSERVACIONES	REF.
1,1'-bi-2-naftol; Ácido 1,1'-binaftil- 2,2'-dicarboxílico; 1,1'-binaftil-2,2'- dihidrógeno fosfato	Colato sódico	Fosfato 0,01 M + Borato 0,006 M + Metanol (pH 9)	15-20 kV	Hidrodinámica (<i>gravedad</i>)	UV	Optimización de la separación y estudio de los posibles mecanismos de reconocimiento quiral	34
	Deoxicolato sódico						
	Taurodeoxicolato sódico	Acetato sódico (pH 4,7)					
Diniconazol; Uniconazol	α -Ciclodextrina	SDS* 0,1 M Urea 2 M Borato 0,1 M (pH 9)	15 kV	Hidrodinámica (<i>presión</i>)	UV 254 nm	Estudio de la influencia de la naturaleza y concentración de la ciclodextrina y de la adición de modificadores orgánicos sobre la separación de los enantiómeros	37
	β -Ciclodextrina						
	γ -Ciclodextrina						
	Heptakis (2,6-di-o- metil)- β -Ciclodextrina						
	Heptakis (2,3,6-tri-o- metil)- β -Ciclodextrina						
1,1'-bi-2-naftol; 2,2,2-trifluoro-1-(9- antril) etanol; 1,1'-binaftil-2,2'- dihidrógeno fosfato	α -Ciclodextrina	SDS 0,05 M Fosfato/Borato (pH 9) d-camfor-10-sulfonato sódico	20 kV	...	UV 220 nm	Estudio de la influencia de la adición de diferentes ciclodextrinas, modificadores orgánicos y aditivos quirales	38
	β -Ciclodextrina						
	γ -Ciclodextrina						
	2,6-di-o-metil- β -Ciclodextrina						
	2,3,6-tri-o-metil)- β -Ciclodextrina						
Bifenilos policlorados (45, 84, 88, 91, 95, 132, 136, 139, 149, 171, 183 y 196) †	γ -Ciclodextrina	SDS 0,11 M Urea 2 M CHES ‡ 0,1 M (pH 10)	15 kV	Hidrodinámica (<i>presión</i>) (20 mbar x 1,2 s)	UV 235 nm	Separación de mezclas multicomponentes de 9 PCBs§ quirales (18 enantiómeros) en 35 min	39

* SDS: Dodecilsulfato sódico.

† Nomenclatura según Ballschmitter (40).

‡ CHES: Ácido 2-(N-ciclohexilamino) etanosulfónico

§ PCB: Bifenilos policlorados



Permita que sus cromatógrafos dialoguen y aumentará la eficacia de su laboratorio

Redes Cromatográficas Millennium®

Millennium 2020 C/S (Cliente/Servidor) conecta con todas las técnicas cromatográficas de su laboratorio integrando, en un único sistema, el control y análisis de datos de sus cromatógrafos LC, GC, GPC, LC-Masas, LC-PDA, CIA, incluyendo cálculo de idoneidad (System Suitability) y acceso a otros programas vía DDE™.

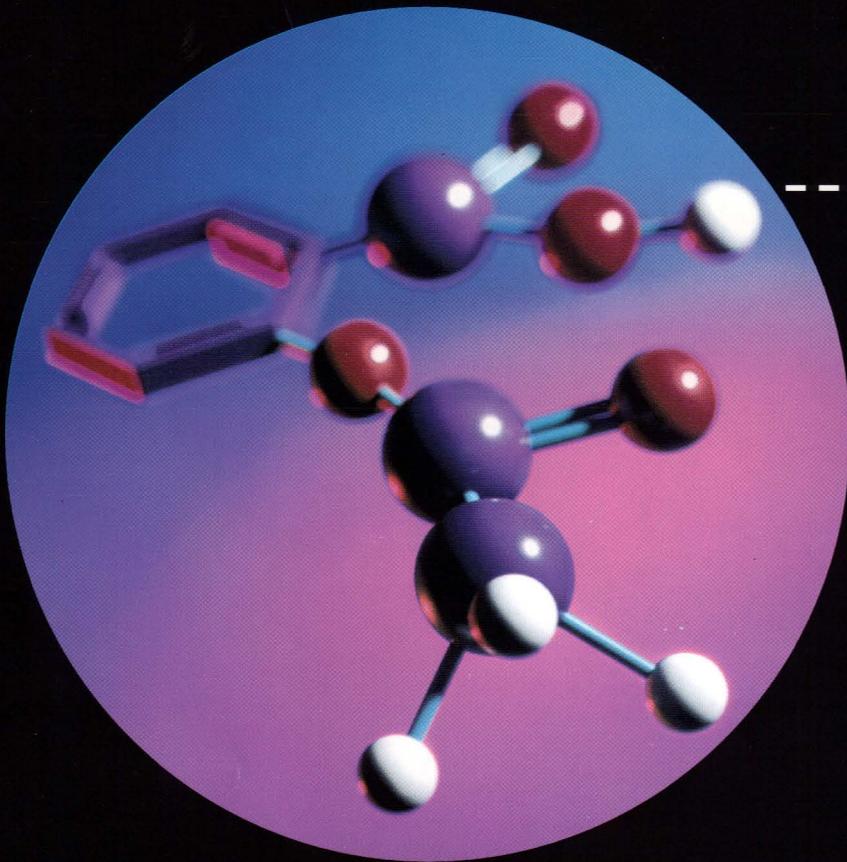
Con la base de datos relacional del Millennium, cualquier sistema cromatográfico de su laboratorio podrá ser utilizado tanto para el análisis de muestras en tiempo real como para revisar a posteriori los

resultados obtenidos. Este mecanismo de proceso distribuido permite un acceso fácil a los datos y elimina la necesidad de hacer copias de seguridad en cada PC. El almacenamiento centralizado de todos los datos cromatográficos en el servidor junto con MillNet®, programa de seguridad, garantizan la integridad de sus datos, resultados y métodos en conformidad con las normativas GMP/GLP.

Imagine las posibilidades.

Waters





Servicio de información: marque el 76

NUEVOS SISTEMAS HPLC ALLIANCE, DISEÑADOS PARA TRABAJAR SIN DOLORES DE CABEZA.

Un enfoque definitivamente nuevo en HPLC: **Alliance™**.
 Innovadora, tecnológicamente diferente, la nueva gama **Alliance** responde a todas sus necesidades: precisión, fiabilidad, versatilidad, mínimo ruido, fácil utilización y mantenimiento.
Alliance: sinergia para la máxima calidad. Waters integra en un solo módulo, una nueva tecnología de bombeo y el inyector automático más fiable. Las altas prestaciones del sistema garantizan sus resultados.

Alliance se comunica con el más potente software de cromatografía en el mercado, **Millennium**, para abrir nuevos caminos en HPLC. Participe en la próxima presentación del **Alliance**. Para más información dirijase a:

Waters Cromatografía, S.A.
 Barcelona Tel.: (93) 325 96 16 Fax.: (93) 325 98 96
 Madrid Tel.: (91) 661 84 48 Fax.: (91) 661 08 55
 Internet <http://www.waters.com>



- El diseño compacto del Alliance ahorra espacio en el laboratorio 
- Capacidad para 120 muestras en 5 carruseles independientes 
- No es necesaria ninguna herramienta para desmontar los cabezales y cambiar las juntas 
- Alliance está diseñado para trabajar con nuestro popular Millennium 

alliance™

--- Waters

ciclodextrinas (CD-MEKC) Esta técnica se considera muy útil en la separación de compuestos con elevado carácter hidrófobo (36) ya que los solutos se reparten entre tres fases: la micela, la ciclodextrina y la fase acuosa. La separación cromatográfica se lleva a cabo por el hecho de que la micela migra a diferente velocidad que la ciclodextrina o la fase acuosa. Por otra parte, debido a la capacidad de las ciclodextrinas para llevar a cabo reconocimiento quiral, esta técnica ha sido muy útil para realizar separaciones enantioméricas (33). En este caso, la elección del tipo de ciclodextrina es un factor muy importante, siendo interesante el empleo de mezclas de ciclodextrinas. Otros dos parámetros determinantes de la separación son la concentración de ciclodextrina y la adición de modificadores orgánicos a la disolución electrolítica micelar, parámetro que no sólo puede modificar los factores de capacidad de los solutos sino también la selectividad.

CD-MEKC ha sido la técnica utilizada para separar los enantiómeros del diniconazol y uniconazol, dos fungicidas que además tienen actividad reguladora del crecimiento de las plantas (37). Los dos enantiómeros de estos compuestos tienen diferentes propiedades biológicas. Así, uno de ellos tiene mayor actividad fungicida mientras el otro presenta una mayor actividad reguladora del crecimiento. Además, el uniconazol tiene mayor actividad reguladora del crecimiento de las plantas que diniconazol pero es menos activo que éste como fungicida. Ello ha motivado la producción de diniconazol con una elevada proporción del enantiómero más activo como fungicida y del uniconazol con una elevada proporción del enantiómero más activo como regulador del crecimiento de las plantas. Este proceso requiere un método eficaz para la separación de los enantiómeros que ha sido posible empleando micelas de SDS en la disolución electrolítica. El estudio de la influencia de la naturaleza y concentración de la ciclodextrina y de la adición de modificadores orgánicos a la disolución electrolítica, ha puesto de manifiesto que las condiciones óptimas para la separación de los enantiómeros se corresponden con la utilización de la γ -ciclodextrina a una concentración 0,05 M en presencia de 2-metil-2-propanol al 5% como modificador orgánico. SDS también ha sido el sistema micelar empleado en la separación de los enantiómeros de varios compuestos aromáticos como el 1,1'-bi-2-naftol, 2,2,2-trifluoro-1-(9-antril) etanol y 1,1'-binaftil-2,2'-diilhidrogenofosfato (38). De las diferentes ciclodextrinas empleadas, γ -ciclodextrina y 2,3,6-tri-O-metil- β -ciclodextrina son las que proporcionan los mejores resultados dependiendo de los solutos. Para mejorar la enantioselectividad se añade a la disolución electrolítica un compuesto quiral como el d-camfor-10 sulfonato sódico.

Como se ha comentado anteriormente, CD-MEKC es especialmente útil en la separación de compuestos muy hidrófobos. En efecto, esta técnica ha permi-

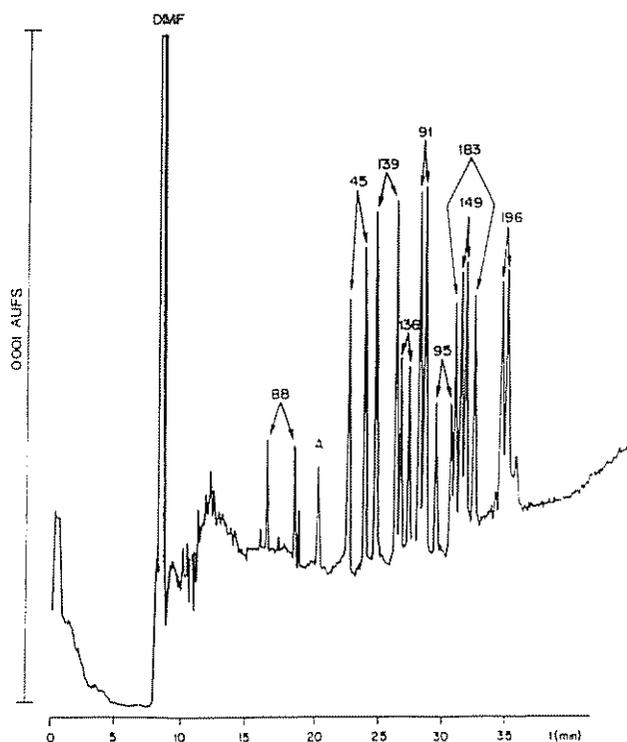


Fig. 1.—Electroforegrama correspondiente a la separación de una mezcla de nueve PCBs quirales por MEKC. A cada par de enantiómeros se le asigna un número de acuerdo con la nomenclatura de Ballschmiter. A: pico desconocido. Disolución electrolítica: CHES 0,01 M (pH = 10), urea 2 M, SDS 0,11 M y γ -ciclodextrina 0,05 M. Inyección por presión. 0,02 min a 20 mbar. Temperatura 45 °C. Detección UV a 235 nm. Capilar 65 cm de longitud y 50 μ m de diámetro interno. Voltaje aplicado, 15 kV. Corriente 56 μ A. Reproducido con permiso (ref 39)

tido llevar a cabo la separación de doce bifenilos policlorados (PCBs) cada uno en sus dos enantiómeros. Ello se ha conseguido empleando un tampón de naturaleza orgánica, el ácido 2-(N-ciclohexilamino) etanosulfónico (CHES) y micelas de SDS. Como selector quiral se ha utilizado la γ -ciclodextrina añadiéndose también urea para aumentar la solubilidad tanto de los solutos como de la ciclodextrina en la disolución electrolítica. En este caso, no sólo se ha conseguido la separación de PCBs individuales en sus dos enantiómeros sino que además se ha podido separar una mezcla multicomponente de nueve PCBs en sus dieciocho enantiómeros en aproximadamente 35 minutos (Figura 1) (39). Este tiempo de análisis se puede considerar muy bueno teniendo en cuenta que la mezcla contenía un PCB octaclorado y que la separación de una mezcla de un bifenilo hexaclorado y cuatro heptaclorados en sus enantiómeros por GC requiere alrededor de 110 minutos (41). Las condiciones experimentales en las cuales se han llevado a cabo las separaciones mencionadas por CD-MEKC se detallan en la Tabla II.

Aplicación a muestras reales

A pesar de las enormes posibilidades que tienen las técnicas de CE en la separación de contaminantes, el principal inconveniente que se presenta a la hora de realizar análisis de muestras medioambientales es la falta de sensibilidad sobre todo cuando se desea realizar análisis de trazas. Los equipos comerciales de CE están dotados de detectores UV capaces de detectar cantidades del orden de los 600 femptogramos. Sin embargo, en CE los volúmenes de inyección son normalmente unos cuantos nanolitros para no perder las enormes eficacias de separación que es posible obtener en esta técnica. Ello implica baja sensibilidad expresada en términos de concentración.

La necesidad que existe en la actualidad de determinar contaminantes a concentraciones cada vez más bajas en muestras reales hace que las limitaciones en sensibilidad que se acaban de comentar se puedan extender también a otras técnicas como GC. En la práctica, también cuando se utiliza esta técnica son necesarias a menudo técnicas de extracción o concentración fuera de línea y en los últimos años se han desarrollado técnicas especiales de inyección que permiten la introducción de grandes volúmenes de muestra o fracciones obtenidas por HPLC en GC.

Existen diferentes posibilidades para aumentar la sensibilidad obtenida en CE:

– *Desarrollo de nuevos métodos de detección.* Se han empleado otros detectores diferentes del UV como son los basados en la fluorescencia inducida por láser, amperométricos, radioquímicos o espectrometría de masas. Se pueden destacar los buenos resultados obtenidos para el primero de ellos que proporciona una sensibilidad de 10^{-12} M en condiciones favorables. Sin embargo, este tipo de detector no se puede utilizar de forma general en análisis medioambiental. Los métodos basados en la fluorescencia indirecta tienen una mayor aplicación pero la sensibilidad obtenida es próxima a 10^{-7} M (20, 42).

– *Extracción en fase sólida en el capilar.* Consiste en incorporar a la entrada del capilar una zona estrecha de un material de relleno tipo fase inversa o bien unir covalentemente a la pared del capilar una fase estacionaria hidrófoba. De estas dos posibilidades, la primera es la que permite obtener factores de concentración mayores (hasta de 250). El inconveniente que presenta esta forma de concentración en muestras reales es la necesidad de utilizar un proceso de extracción previo debiéndose inyectar las muestras libres de disolvente orgánico (20).

– *Acoplamiento en línea entre CZE e Isotacoforesis.* En Isotacoforesis (ITP) la muestra se introduce entre dos disoluciones tampón diferentes que se denominan electrolito frontal (el que tiene mayor movilidad) y electrolito terminal (el que tiene

menor movilidad). Cuando se establece un campo eléctrico cada especie iónica migra con una velocidad diferente dependiendo de su movilidad, pero siempre entre ambas disoluciones tampón. De esta forma, las especies se separan en zonas que se mueven a la misma velocidad y que no se diluyen en el electrolito fondo como en CZE. Además, las zonas de analito de baja concentración se adaptan al nivel de concentración del electrolito frontal (compresión). El acoplamiento entre ITP y CZE es muy interesante en el análisis de trazas y ha permitido obtener factores de concentración hasta del orden de 1.000 (20).

– *CZE basada en el principio de separación de la ITP.* En CZE la muestra no puede tener una conductividad mucho más elevada que la de la disolución electrolítica ya que de lo contrario se podría producir un ensanchamiento de banda con la consecuente pérdida de eficacia y sensibilidad. Sin embargo, si la matriz de la muestra contiene un exceso de un ión que tiene una mayor movilidad electroforética que los analitos y éstos tienen una mayor movilidad que el ión del tampón en CZE, el ión de la matriz con elevada movilidad puede actuar como electrolito frontal por lo que se crea una situación similar a la que se tiene en ITP. Las zonas de analito que tienen una baja concentración adaptan su concentración a la del electrolito frontal por lo que tiene lugar una concentración de la muestra como en ITP. Se han obtenido de esta manera factores de concentración del orden de 200 y la técnica se ha aplicado al análisis de trazas en muestras de agua de mar (20).

– *Técnicas de inyección por amplificación de campo.* Estas técnicas se basan en el hecho de que la velocidad electroforética de un ión depende linealmente de la fuerza del campo eléctrico. Cuando un analito se disuelve en la matriz de una muestra que tiene una menor conductividad que el electrolito fondo, el analito experimenta localmente un aumento de la fuerza del campo eléctrico que provoca un aumento en la velocidad de migración del analito. Cuando éste alcanza el límite entre la zona de la muestra y el electrolito fondo, disminuye su velocidad y se concentra en una zona más estrecha que la zona de muestra original. Ello significa que el analito se ha preconcentrado en la propia columna. Dependiendo de la movilidad electroforética de los analitos y de la magnitud del flujo electroosmótico se pueden llegar a introducir zonas de inyección con una longitud del orden de la tercera parte de la longitud total del capilar. Las aplicaciones a muestras medioambientales requieren muestras con conductividad baja y reproducible. Como estas muestras pueden ser muy variadas, en la práctica será necesario filtrarlas y cambiar la matriz original por otra que reúna los requisitos. Las posibilidades de esta técnica de concentración se han puesto de manifiesto en la determinación de herbicidas fenoxiácidos en muestras de agua potable y de río por CZE a niveles de sub-ppb

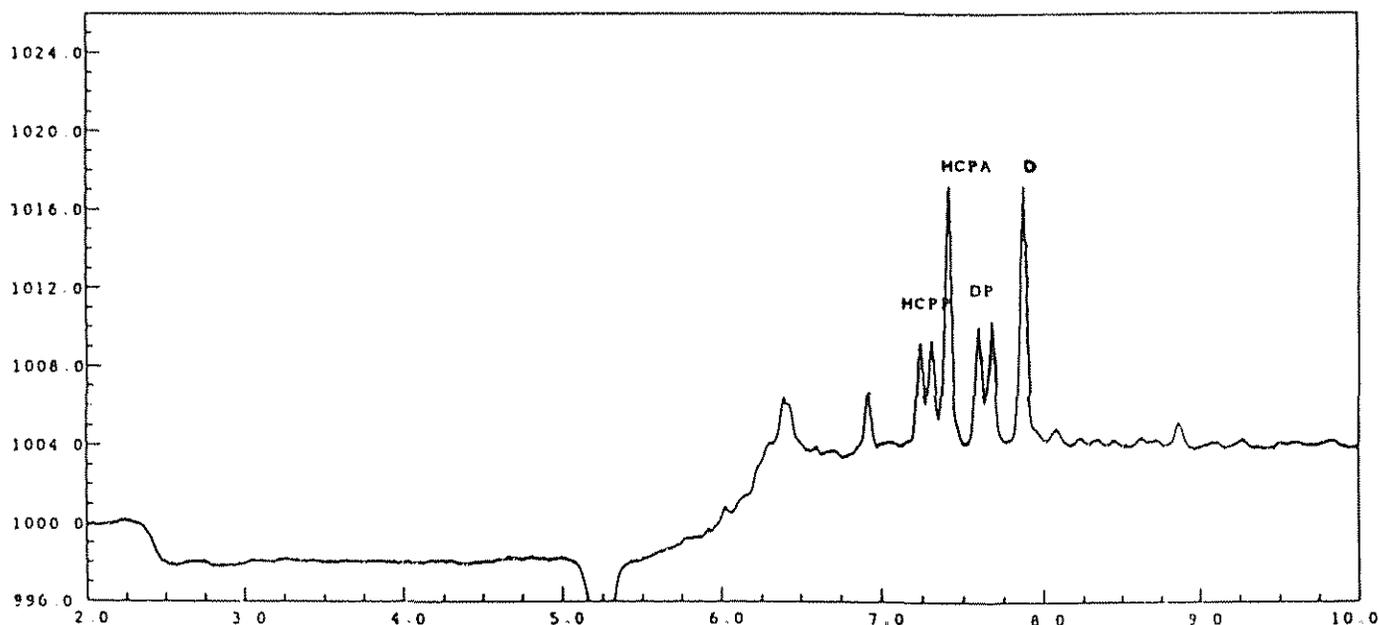


Fig. 2.—Separación quiral por CZE de una muestra de agua del río Rin a la que se han añadido 5 ppb de ácido 2-(2-metil-4-clorofenoxi) propiónico (MCP), ácido 2-(2,4-diclorofenoxi) propiónico (DP), ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético (MCPA) y ácido 2,4-diclorofenoxiacético (D) Disolución electrolítica: Acetato de litio 0.03 M (pH = 4.8) con 20 g L⁻¹ de heptakis (2,6-di-O-metil)- β -ciclodextrina Volumen de muestra 20 mL Voltaje aplicado, 30 kV Temperatura, 30 °C Detección UV a 200 nm Reproducido con permiso (ref. 20).

(20). Antes de la inyección de grandes volúmenes de muestra por esta técnica se utilizaron discos de membrana C18 para filtrar y realizar una extracción en fase sólida simultáneamente. La desorción de la muestra directamente en los viales del sistema de CZE se realizó con mezclas acetonitrilo-tampón que proporcionaron a la muestra una conductividad lo suficientemente baja y constante. La figura 2 muestra el electroferograma correspondiente a la separación quiral de una muestra de agua del río Rin a la que se han añadido 5 ppb de cuatro herbicidas, dos de ellos quirales utilizando CZE con un derivado de la β -ciclodextrina en el tampón de separación y un volumen de muestra de 20 mL.

La concentración de moléculas neutras por la técnica de amplificación de campo se ha llevado a cabo en MEKC disolviendo los analitos en una disolución micelar a baja concentración pero por encima de la concentración micelar crítica. Se han obtenido factores de concentración entre 75 y 85 para 1,2,4,7- y 1,2,4,8-tetraclorodibenzo-p-dioxinas (43).

Agradecimientos

Los autores agradecen a la Comunidad Autónoma de Madrid la concesión del proyecto COR0010/94.

Bibliografía

1. D. E. Drayer en *Drug Stereochemistry*, I. W. Wainer y D. E. Drayer, Eds., Marcel Dekker, 1988.
2. D. Barceló Ed., *Environmental Analysis: Techniques, Applications and Quality Assurance*, Elsevier, 1993. Cap. 17.
3. J. W. Jorgenson y K. D. Lukacs, *Anal. Chem.*, 53 (1981) 1298.
4. S. F. Y. Li, *Capillary Electrophoresis Principles, Practice and Applications*. Journal of Chromatography Library, Vol. 23 Elsevier, 1992.
5. P. D. Grossman y J. C. Colburn Eds., *Capillary Electrophoresis. Theory and Practice*. Academic Press, 1992.
6. S. Terabe, K. Otsuka, K. Ichikawa, A. Tsuchiya y T. Ando, *Anal. Chem.*, 56 (1984) 111.
7. J. Vindevogel y P. Sandra, *Introduction to Micellar Electrokinetic Chromatography*. Hüthig, 1992.
8. H. J. Isaaq, *Instrum. Sci. & Technol.*, 22 (1994) 119.
9. R. Kuhn y S. Hoffstetter-Kuhn, *Chromatographia*, 34 (1992) 505.
10. S. Terabe, K. Otsuka y H. Nishi, *J. Chromatogr. A*, 666 (1994) 295.
11. T. L. Bereuter, *LC-GC Int.*, 7 (1994) 78.
12. J. Gu y R. Fu, *J. Chromatogr. A*, 667 (1994) 367.
13. S. G. Penn, D. M. Goodall y J. S. Loran, *J. Chromatogr.*, 636 (1993) 149.
14. K. Otsuka y S. Terabe, *J. Liq. Chromatogr.*, 16 (1993) 945.
15. H. Nishi y S. Terabe, *J. Chromatogr. A*, 694 (1995) 245.
16. A. Guttman, S. Brunet y N. Cooke, *LC-GC Int.*, 9 (1996) 88.
17. M. L. Marina y M. Torre, *Talanta*, 41 (1994) 1411.
18. J. Snopek, I. Jelinek y E. Smolkova-Keulemansova, *J. Chromatogr.*, 452 (1988) 571.
19. M. W. F. Nielsen, *J. Chromatogr.*, 637 (1993) 81.
20. M. W. F. Nielsen, *Trends Anal. Chem.*, 12 (1993) 345.

21. A. W. Garrison, P. Schmitt y A. Kettrup, *J. Chromatogr. A*, 688 (1994) 317.
22. C. L. Copper, J. B. Davis y M. J. Sepaniak, *Chirality*, 7 (1995) 401
23. K. Kano, K. Minami, K. Horiguchi, T. Ishimura y M. Kodera, *J. Chromatogr. A*, 694 (1995) 307.
24. K. L. Mittal, Ed, *Solution Chemistry of Surfactants*, Plenum Press, 1979
25. K. L. Mittal y E. J. Fendler, Eds, *Solution Behaviour of Surfactants Theoretical and Applied Aspects*, Plenum Press, 1982.
26. J. H. Fendler, *Membrane Mimetic Chemistry*. Wiley Interscience, 1982
27. K. L. Mittal y B. Lindman, Eds, *Surfactants in Solution*, Plenum Press, 1984.
28. W. L. Hinze y D. W. Armstrong, Eds, *Ordered Media in Chemical Separations*, ACS Symposium Series, American Chemical Society, 1987. Vol. 342
29. F. Fernández-Lucena, M. L. Marina y A. R. Rodríguez en *Vibrational Spectra and Structure*, R. Durig, Ed, Elsevier, 1991, Cap 3.
30. G. M. Janini y H. J. Issaq, *J. Liq. Chromatogr.*, 15 (1992) 927
31. S. Terabe, K. Otsuka, and T. Ando, *Anal. Chem.*, 57 (1985) 834.
32. M. A. Garcia, M. L. Marina y J. C. Diez-Masa, *J. Chromatogr. A*, 732 (1996) 345
33. K. Otsuka y S. Terabe, *Trends Anal. Chem.*, 12 (1993) 125.
34. R. O. Cole, M. J. Sepaniak y W. L. Hinze, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 13 (1990) 579.
35. D. D. Dalton, D. R. Taylor y D. G. Waters, *J. Chromatogr. A*, 712 (1995) 365
36. S. Terabe, Y. Miyashita, Y. Isihama y O. Shibata, *J. Chromatogr.*, 636 (1993) 47.
37. R. Furuta y T. Doi, *J. Chromatogr. A*, 676 (1994) 431.
38. H. Nishi, T. Fukuyama y S. Terabe, *J. Chromatogr.*, 553 (1991) 503
39. M. L. Marina, I. Benito, J. C. Diez-Masa y M. J. González, *Chromatographia*, 42 (1996) 269.
40. K. Ballschmiter y M. Zell, *Fresenius' Z. Anal. Chem.*, 302 (1980) 20
41. J. H. Hardt, C. Wolf, B. Gehrcke, D. H. Hochmuth, B. Pfaffenberger, H. Hühnerfuss y W. A. König, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 17 (1994) 859
42. M. Albin, P. D. Grossman y S. E. Moring, *Anal. Chem.*, 65 (1993) 489 A.
43. Z. Liu, P. Sam, S. R. Sirimanne, P. C. McClure, J. Grainger y D. G. Patterson, *J. Chromatogr. A*, 673 (1994) 125

* * *

Con el nuevo HPLC HP Serie 1100, su laboratorio puede ahora hacer *más con menos*.



Cumpla ahora *más* fácilmente las normativas, invirtiendo *menos* en gastos de operación

El nuevo HPLC serie HP 1100 ha sido diseñado para ayudarle a dar respuesta a un importante desafío: normativas y patrones de calidad cada vez más estrictos con presupuestos cada vez más ajustados.

Estos sistemas salen de fábrica incorporando una amplia gama de prestaciones encaminadas a facilitar la validación. Y a través de un diseño innovador y funciones de mantenimiento y soporte, el HP 1100 puede disminuir sustancialmente los costes de operación de su laboratorio.

Para ayudar a su laboratorio a hacer más con menos, el HP 1100 incluye numerosas prestaciones diseñadas para aumentar el tiempo de funcionamiento. Incorpora componentes ya probados en la práctica, software para diagnóstico in-situ y remoto, procedimientos de mantenimiento multimedia y un diseño excepcionalmente fácil de reparar.

Para incrementar la productividad, el HP 1100 ofrece un ordenador personal y un nuevo controlador portátil, que facilita la introducción de métodos, además de una larga serie de funciones de automatización.

Si desea Vd. soporte para cumplir con las normativas, mayor productividad, nuevos niveles de rendimiento y funcionalidad, acceso a los servicios de soporte de HP, altamente cualificados, y bajos costes de operación, elija el nuevo HP 1100.



Para más información, llame hoy mismo al Teléfono de Atención a Clientes de Hewlett-Packard Española: 901-11 68 90, o póngase en contacto con nosotros a través de Internet: <http://www.hp.com/go/chem>.

 **HEWLETT®
PACKARD**

Información bibliográfica

ARTÍCULOS DE INTERÉS

Evaluación de la no linealidad en la calibración analítica

La cuantificación de un elevado número de compuestos en mezclas complejas presenta un problema adicional cuando la medida instrumental final debe realizarse mediante un detector con un intervalo de linealidad limitado. La diversidad de concentraciones que los compuestos de interés pueden presentar hacen que el detector deba ser calibrado de forma exhaustiva: desde la zona no lineal próxima la zona de saturación del instrumento.

Las mejoras en la precisión y exactitud en el análisis hacen necesario que la curva de calibración deba quedar dentro de $\pm 5\%$ de la respuesta real del detector. Así, la calibración de la respuesta deberá tener en cuenta todo el intervalo de trabajo del detector pero sin comprometer con ello la precisión y la exactitud del análisis. Para lograr este objetivo se debe realizar una calibración multipuntual concentrando un mayor número de puntos en las zonas de respuesta no lineal.

La evaluación de la no linealidad de la respuesta instrumental se convierte así en un punto importante del control de calidad del método analítico. Esa evaluación permitirá detectar qué zonas requieren una mayor calibración y cuál es el número de puntos óptimo para obtener una buena precisión en el análisis dedicando el mínimo tiempo posible al calibrado del instrumento.

Un buen ejemplo de la problemática expuesta lo constituye el caso del análisis de PCBs en muestras medioambientales, en las que, junto a los congéneres más abundantes, se pueden encontrar otros (no-orto y mono-orto-cloro PCBs) a nivel ultratrazas. En el primer artículo que se resume a continuación se explica cómo evaluar las zonas lineales y no lineales en el caso concreto del análisis de PCBs mediante un detector de captura de electrones, aunque el método utilizado es aplicable a otros detectores y compuestos ya que se basa en una característica matemática común a toda recta: la derivada es una constante.

Algunos autores, artículo segundo de esta reseña, han desarrollado un test estadístico (LPOm, Last Point Off method) útil para evaluar si un punto concreto de la curva de calibrado se desvía del comportamiento lineal. Otros, artículo tercero, van más allá y proponen un método que cuantifica el grado de desviación de la respuesta real de la respuesta predicha por la regresión lineal (DLPR, Deviation from Predicted Linear Response), con el fin de evaluar si esta desviación es significativa.

Finalmente, se resumirán dos artículos que introducen un parámetro, objetivo y cuantificable, para evaluar la no linealidad de la respuesta analítica en sentido global. Un parámetro que puede ser útil cuando se trata de comparar métodos, detectores o instrumentos entre sí.

Current developments in the analysis of polychlorinated biphenyls (PCBs) including planar and other toxic metabolites in environmental matrices.

David E. Wells

En *Environmental Analysis: Techniques, Applications and Quality Assurance* Ed. D. Barceló, Elsevier Science Publishers B.V., capítulo 4, 113-147, 1993.

Este artículo constituye una revisión de los últimos avances en la química analítica de los policlorobifenilos, desde la extracción a la determinación pasando por el clean-up y la separación cromatográfica. Se reseña aquí porque incluye un método para la evaluación de la linealidad del detector de captura de electrones (ECD).

Aunque las limitaciones de intervalo de linealidad del ECD son bien conocidas, la mayoría de autores han intentado hasta ahora calibrar el detector usando la parte más lineal de la curva de respuesta. Sin embargo, como ya se ha mencionado anteriormente, con las mejoras de estabilidad de los detectores y sistemas cromatográficos, se hace cada vez más difícil que el ajuste a una recta quede dentro de $\pm 5\%$ de la respuesta del detector.

En estas circunstancias, es más adecuado contemplar el ECD como no lineal y calibrarlo en consecuencia. Wells presenta una forma de evaluar esta desviación mediante la representación del cociente respuesta/masa frente a la masa inyectada, es decir, calculando la pendiente de la curva de calibrado o factor de respuesta en cada punto. Esta representación debería dar lugar a una línea horizontal (factor de respuesta constante) si la respuesta del detector fuera lineal con la concentración.

A method to Quantify Deviations from Assay Linearity

Krower J.S. and Schlain B.

Clin. Chem. 39 (8), 1.689-1.693, 1993

Este artículo presenta un método para cuantificar desviaciones de la linealidad para ensayos que presentan alguna zona lineal (Last Point Off Method: LPOm). El procedimiento aborda el caso común en que los niveles de analito están desigualmente distribuidos y la varianza de la respuesta no es constante en el intervalo de concentraciones estudiado y proporciona una estimación por mínimos cuadrados del intervalo de confianza de la cantidad de desviación del ensayo de la linealidad a una concentración de analito específica.

El método que presentan se puede usar en diseños multifactoriales que estiman otros efectos sistemáticos obviando así la necesidad de un protocolo separado para estudiar el bias debido a la no lineali-

dad de la respuesta instrumental. En el artículo se describe el método general y se ilustra el procedimiento.

Methods to quantify deviations from assay linearity (letter)

Emancipator K.

Clin. Chem. 40(9), 1.783-1.785, 1994

En esta carta se presenta un método para evaluar la desviación de la linealidad de una curva de calibrado: DPLR (Deviation from Predicted Linear Response) y se compara con el método LPOm descrito previamente.

El procedimiento a seguir en el método DPLR es el siguiente: Se calcula una ecuación de regresión con los datos de la zona de respuesta en evaluación. En cada nivel de desviación de la curva de respuesta se usa la ecuación de regresión calculada para obtener la respuesta lineal predicha, se calcula la media experimentalmente observada, en caso de trabajar con replicados y se resta de la respuesta lineal calculada para obtener la desviación de la linealidad.

El autor expone las ventajas del método propuesto DPLR respecto al método LPOm. En primer lugar, considera que el cálculo es más directo, intuitivo y sencillo especialmente si el usuario no está interesado en calcular la desviación corriente de la desviación de la linealidad. En segundo lugar, destaca que el DPLR no asume la existencia de un segmento lineal de respuesta. Con la mejora de la precisión de las técnicas instrumentales, las curvas de respuesta que se clasifican como lineales son cada vez menos frecuentes. Si esta tendencia continúa puede ser poco común encontrar una curva de respuesta que tenga algún segmento que pueda catalogarse como lineal por lo que el método LPOm no tendría utilidad.

A theoretical evaluation of nonlinearity

Kroll M.H. and Emancipator K.

Clin. Chem. 39/3, 405-413 (1993)

Uno de los problemas de la definición estadística de la linealidad es que el término "lineal" no está definido. Es importante tener definiciones claras y objetivas de linealidad y métodos para determinarla. En el artículo se define la linealidad a partir del concepto algebraico, no estadístico, permitiendo traslaciones respecto al origen.

A partir de esta definición, se desarrolla un test (RMD, Root Mean Difference) para medir el grado de no linealidad de la respuesta y comprobar así si es o no significativa. RMD mide la no linealidad en términos cuantitativos y se podría usar para comparar entre sí o como uno de los parámetros a tener en cuenta cuando se evalúa un método analítico nuevo.

$$RMD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N [f(x_i) - g(x_i)]^2}{N}}$$

Un segundo test (test de diferencia) permite juzgar si al tomar un modelo lineal se cometerá un error significativo desde el punto de vista analítico o de cara a la interpretación de los resultados. Define

$$D_i = 100 \times \frac{[g(x_i) - f(x_i)]}{f(x_i)}$$

A partir de la evaluación de este valor cada laboratorio deberá determinar el porcentaje máximo de bias debido a la no linealidad que considera aceptable.

Los resultados de esta definición proporcionan una medida objetiva y cuantitativa de las desviaciones de la linealidad, permiten determinar el grado de no linealidad, evalúan la adecuación de los modelos no lineales y aportan medios para comparar no linealidades significativas.

A quantitative measure of nonlinearity

Emancipator K. and Kroll M.H.

Clin. Chem. 39/5, 766-772 (1993)

En el artículo que se acaba de reseñar, Kroll y Emancipator introducen el término de la medida cuantitativa del grado de no linealidad. En este artículo se propone una definición operacional formal para la medida cuantitativa del grado de no linealidad y se desarrollan las herramientas matemáticas necesarias para implementar esta definición. Esta medida cuantitativa de la no linealidad permite introducir el criterio objetivo de la linealidad suficiente.

Emancipator y Kroll plantean ahora dos medidas cuantitativas de la no linealidad de un método. Por una parte, la no linealidad dimensional, definida como la raíz cuadrada de la media del cuadrado de la desviación de la respuesta curva a una línea recta, donde la línea recta se elige para minimizar la no linealidad. Por otra parte, la no linealidad relativa calculada a partir de la no linealidad dimensional dividida por la diferencia entre los valores máximo y mínimo ensayados.

Estas definiciones se pueden usar para desarrollar criterios prácticos para la linealidad que sean objetivos. Otra de las ventajas de estos parámetros consiste en que son compatibles con cualquier método de regresión. Además, si se usa una regresión ponderada, se puede determinar la no linealidad para métodos cuya varianza varíe con la concentración.

Lourdes Berdié

COMITÉS EDITORIALES

Emilio Gelpí, actual presidente del GCTA, ha sido nombrado miembro del comité editorial del *Journal of Microcolumn Separation* y de *Spectroscopy: An International Journal*.

FISONS

Instruments

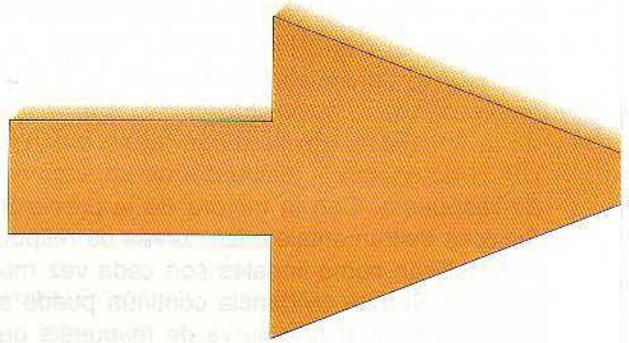


CAPACIDADES

MERCADO



REQUERIMIENTOS



LC-MS GC-MS
FT-ICRMS MS/MS
T-MS MSⁿ
Lc TOF
GC CE
P-MS
MS
GD-MS
SIMS
IRMS

Grupo Thermo



Finnigan MAT
CE Instruments
Thermo Separation Products
VG ...

un nuevo mundo de...

SOLUCIONES

Noticias del GCTA

PRÓXIMA REUNIÓN

Coincidirá con las VIII Jornadas de Análisis Instrumental, que tendrán lugar en Barcelona, del 22 al 25 de octubre, en el marco de EXPOQUIMIA, organizadas por:

Association of Environmental Sciences and Techniques

Divisão de Química Analítica (Sociedade Portuguesa de Química)

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (R.S.E.Q.).

Grupo de Electroquímica (R.S.E.Q. y S.E.Q.A.).

Grupo Español de Espectroscopía:

– Comité Español de Espectroscopía (S.E.D.O.).

– Grupo Espectroquímico (R.S.E.Q. y R.S.E.F.).

Sociedad Española de Química Analítica.

Programa científico

Las Jornadas pretenden recoger las contribuciones al desarrollo de las Ciencias de la Separación, del Reconocimiento Atómico y Molecular y otras relacionadas con la moderna Química Analítica, así como sus aplicaciones en las diversas especialidades de la ciencia y la tecnología.

De acuerdo con las metodologías utilizadas, los trabajos se podrán agrupar en los siguientes campos:

1. Cromatografía de Gases.
2. Separaciones en Fluidos Supercríticos.
3. Cromatografía de Líquidos.
4. Electroforesis.
5. Espectrometría de Masas.
6. Análisis por Inyección en Flujo.
7. Métodos Electroquímicos.
8. Espectroscopía Atómica.
9. Espectroscopía Infrarroja y Raman.
10. Resonancia Magnética Nuclear.
11. Espectroscopía UV-Vis (Absorbancia y Luminiscencia).
12. Análisis Térmico.
13. Rayos X.
14. Microscopía.
15. Sensores y Biosensores.
16. Análisis de Superficies.
17. Manejo de Muestras y Automatización.
18. Quimiometría.
19. Informática Analítica.
99. Otros (especificar).

Teniendo en cuenta las aplicaciones objeto de estudio, las comunicaciones se podrán agrupar en los siguientes temas:

- A. Alimentos.
- B. Bioanálisis.
- C. Análisis Clínico y Toxicológico.
- D. Fármacos.

- E. Medio Ambiente.
- F. Combustibles y Energía.
- G. Materiales.
- H. Polímeros y Plásticos.
- I. Productos Industriales.
- J. Calidad.
- K. Contribuciones Teóricas.
- L. Desarrollo Instrumental.
- Z. Otros (especificar).

Conferencias

Tienen confirmada su participación como conferenciantes los siguientes especialistas:

J. Alpizar (Univ. de La Habana).

Análisis por inyección secuencial con detección electroquímica.

C. Cabrera (Univ. de Puerto Rico).

Espectroscopía del fotoelectrón: técnica analítica para el análisis de superficies modificadas.

J.L. Costa Lima (Univ. de Oporto).

Electrodos selectivos de iones de configuración tubular como detectores para FIA.

W. Frenzel (Univ. Téc. de Berlín).

Sensores y membranas en medio ambiente.

E. Gelpí (C.I.D. Barcelona)

Nuevas técnicas de la Espectrometría de Masas en Biología y Medicina.

K.G. Heuman (Regensburg, Alemania).

Garantía de calidad en especiación de elementos traza por espectrometría de masas con relación isotópica.

A. Kaifer (Univ. de Miami).

Reconocimiento molecular en la superficie de electrodos modificados con monocapas.

P. Kissinger (BAS, Indiana)

Muestreo por microdiálisis in vivo, cromatografía de líquidos en microcolumna y biosensores electroquímicos: tres utilidades que trabajan juntas.

M. Lee (Salt Lake City Univ.).

Técnicas modernas y tendencias en separación con microcolumnas.

J.H. van der Maas (Univ. de Utrech).

Monitorización de centros moleculares activos por FT-IR.

R.K. Marcus (Univ. de Clenison, South Caroline, USA).

Descargas luminiscentes como fuentes para átomos e iones en análisis de sólidos.

M.D. Pérez Bendito (Univ. de Córdoba).

Cinetoluminiscencia.

H. Poppe (Univ. de Amsterdam).

Reflexiones sobre las columnas capilares abiertas en Cromatografía de Líquidos y Electroforesis capilar.

F. Sanz (Univ. Barcelona).

Microscopías de sonda próxima: Caracterización y nanofabricación.

Como en ediciones anteriores, las comunicaciones podrán ser publicadas en números especiales del *Journal of Chromatography* o de *Química Analítica*. Los trabajos que se presenten al premio de Espectrometría de Masas podrán ser publicados en el *Journal of Mass Spectrometry*. En todos los casos deberán superar el proceso de revisión de la correspondiente revista.

Los manuscritos, respetando el formato de la revista a la que se dirijan, deberán ser enviados o entregados en propia mano durante el transcurso de las JAI como plazo límite, a:

Journal of Chromatography

Dr. Emilio Gelpí

Centro de Investigación y Desarrollo

Jordi Girona Salgado, 18-26

08034 Barcelona

Química Analítica

Dra. Carmen Cámara

Dpto. Química Analítica

Facultad de C. Químicas)

Universidad Complutense de Madrid

28040 Madrid

Premios

Durante la cena de clausura se procederá a la entrega de los siguientes premios:

– **Premio Antonio Hidalgo**, a la mejor contribución en Análisis Instrumental presentada en las VIII JAI (dotado por Perkin Elmer Hispania, S.A.). Los autores interesados en concurrir a este premio deberán enviar la redacción definitiva del trabajo (formato de publicación) antes del 15 de septiembre de 1996. El Comité Científico de las JAI, constituido en jurado, decidirá el ganador de premio.

– **Premio Técnicas de Separación**, a la mejor contribución al Desarrollo y Aplicación de Metodologías de Separación presentada en las VIII JAI (dotado por *Hewlett Packard Española, S.A.*). Los autores interesados en concurrir a este premio deberán enviar la redacción definitiva del trabajo (formato de publicación) antes del 15 de septiembre de 1996. La Junta Directiva del GCTA, constituida en jurado, decidirá el ganador del premio.

– **Premio a Investigadores Jóvenes de la S.E.Q.A.** Las bases y mecanismos de concesión de este premio son las reglamentadas por la S.E.Q.A., que ya han sido previamente anunciadas por la Sociedad.

– **Premio a Investigadores Noveles de la A.E.S.T.** Las bases y mecanismos de concesión de este premio son las reglamentadas por la A.E.S.T., que ya han sido previamente anunciadas por la Asociación

– **Premio Grupo Electroquímico** al mejor trabajo en el campo electroquímico. Patrocina el Grupo Electroquímico (RSEQ y SEQA).

– **Premio del Grupo Espectroquímico**, en colaboración con el *Journal of Mass Spectrometry (JMS)*, al mejor trabajo en Espectrometría de Masas. El premio está patrocinado por Kontron, Finnigan Mat y John Wiley. Los trabajos en original y cuatro copias, deberán enviarse en inglés y en formato del JMS, antes del 20 septiembre, a las VIII JAI (EXPOQUIMIA), haciendo constar que concurren a este premio. Además del ganador, todos los trabajos aceptados podrán ser publicados en el JMS (las normas de publicación pueden solicitarse a EXPOQUIMIA).

Información

VIII Jornadas de Análisis Instrumental (JAI)

EXPOQUIMIA

Avda. Reina María Cristina, palacio nº 1

08004 Barcelona

Tel. (93) 233 20 00

Fax (93) 233 23 11 - (93) 423 63 48

Becas

El GCTA concederá becas de asistencia a la reunión. Los requisitos necesarios para solicitarla son: ser miembro del GCTA, presentar alguna comunicación y no poseer remuneración estable, lo que se acreditará mediante carta del director de trabajo, quien a su vez deberá estar inscrito en la reunión. Las becas se solicitarán al secretario del Grupo:

Xavier Guardino, Dulcet, 2-10, 08034 Barcelona, antes del 15 de septiembre de 1996.

* * *

La elección correcta La solución adecuada

KromaSystem 2000

Nuestra nueva generación de Estaciones de Datos Cromatográficas están basadas en el avanzado sistema operativo Microsoft Windows NT®.

KromaSystem 2000 trabaja en multitarea real con un control directo de los módulos cromatográficos asociados. El cumplimiento de la normativa GLP incluye la verificación de los lotes para la trazabilidad de los análisis y las muestras procesadas.

El "System Suitability Test" integrado comprueba el progreso del análisis activando bucles inteligentes de retroalimentación.

KromaSystem 2000 no solamente imprime los resultados, también genera publicaciones e informes de forma profesional a través de enlaces OLE2, permitiendo un diseño fácil de los mismos.



**Más de 30
años de
experiencia en
Instrumentación
Bioanalítica**

Nuestra estrecha colaboración con el mundo científico nos ha permitido desarrollar tecnologías punteras y nuevas aplicaciones pioneras.

Nuestros equipos, utilizados en todo el mundo en laboratorios de química analítica, investigación biotecnológica y garantía de calidad en industria, sigue aportando soluciones de alta calidad al precio adecuado.

Para mayor información, por favor dirijase al
Teléfono: 91-3581835. Fax: 91-7293752.

Kontron Instruments S.A.
Salvatierra, 4. 28034 - Madrid



NUEVOS SOCIOS

Alonso García, Ana
Centro de Estudios Hidrográficos
Paseo Bajo Virgen del Puerto, 3
28005 MADRID

Aguera López, Ana
Dpto. Hidrogeología y Química Analítica
Universidad de Almería
La Cañada de San Urbano
04120 ALMERÍA

Caturía Perales, M^a Cruz
Dpto. Química Analítica - C.I.D.A., S.A.L.
Argenters, 6
08130 STA. PERPETUA MOGODA (Barcelona)

Ruiz del Castillo, M^a Luisa
Dpto. Caracterización Alimentos
Inst. Fermentaciones Ind. (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

Rodríguez Illa, M^a Isabel
Dpto. Química Analítica
Fac. Químicas. Univ. Barcelona
Avda. Diagonal, 647
08028 BARCELONA

González Romero, Alejandro
Dpto. Química Analítica
Ingeniería Química
Ctra. N-II, Km. 33,600
28871 ALCALÁ DE HENARES (Madrid)

Torre Roldán, Mercedes
Dpto. Química Analítica
Fac. Ciencias, Univ. Alcalá
Ctra. N-II, Km. 33,600
28871 ALCALÁ DE HENARES (Madrid)

Berdié Rabanaque, Lourdes
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Mallat Cortada, Elena
Dpto. Química Ambiental
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Santiago Silva, Mary
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Otero Rodríguez, Raquel
C.I.D. (CSIC)

Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Ramos Motilva, Elena
Dpto. Caracterización Alimentos
Inst. Fermentaciones Ind. (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

Sánchez Martínez, Alberto
Kontron Instruments, S.A
Salvatierra, 4
28034 MADRID

Moreno Cuadra, Teodoro
Mejía Lequerica, 38, 7^º, 2^a
08028 BARCELONA

García López, M^a Concepción
Dpto. Química Analítica
Fac. Ciencias, Univ. Alcalá
Ctra. Madrid-Barcelona, Km. 33,6
28871 ALCALÁ DE HENARES (Madrid)

Castillo Malivern, Montserrat
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Riu Villanueva, Josep
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Cancho Grande, Beatriz
Canigó, 75-77, 3^º, 2^a
08031 BARCELONA

Bermejo Román, Ruperto
Dpto. Química Física
Fac. Farmacia, Univ. Granada
Campus Cartuja
18071 GRANADA

Pelejero Bou, Carles
Dpto. Química Ambiental
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Ferrer Felis, Imma
Dpto. Química Ambiental
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Vilanova Casadesús, Rosa M^a
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Solá Brutau, Inés
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

López-Sebastián López-Amor, Sara
Dpto. Caracterización Alimentos
Inst. Fermentaciones Ind. (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

* * *

Informaciones

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

3th PharmAnalysis Europa Conference

Tendrá lugar en Londres del 21 al 2 de octubre de 1996, incluyendo conferencias, carteles, sesiones de discusión y exhibición comercial. Para más información, escribir a:

Margaret Kermodé
Fax: -44-1244-37 00 11.

* * *

13th Montreux Symposium on liquid-chromatography-mass spectrometry

Tendrá lugar en Montreux (Suiza) del 3 al 4 de noviembre de 1996. Para más información, escribir a:

M. Frei-Hausler
P.O. Box 46,
CH-4123 Allschwil 2, Suiza
Fax: -41 61 482 0805

* * *

9th International Symposium on HPCE and related techniques

Tendrá lugar en Anaheim, California, del 26 al 30 de enero de 1997. Para más información, escribir a:

Shirley Schlessinger
Symposium Manager, HPCE'97
400 East Randolph Street, Suite 1015
Chicago, Illinois

* * *

28th Annual International Symposium on Environmental Analytical Chemistry (28th ISEAC)

Tendrá lugar en Ginebra del 2 al 5 de marzo de 1997. Está dirigido a científicos, analistas, fabricantes, usuarios y estudiantes de posgrado. Los temas fundamentales serán:

- Análisis de trazas de productos polares en el ambiente.
- Nuevas técnicas de extracción, separación e instrumentales.
- Separaciones quirales en análisis ambiental.
- Sistemas de microanálisis total (micro-TAS).
- Medidas in situ y especialización.
- Garantía de calidad en análisis medioambiental.
- Ambiente y educación.
- Otros.

Para más información, escribir a:

Mrs. Frei-Hausler
Postfach 46
CH-4123 Allschwil 2, Suiza
Fax: -41 61 482 0805.

* * *

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

Ambas reuniones tendrán lugar en Almería, del 25 al 28 de octubre de 1997.

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

Novedades técnicas

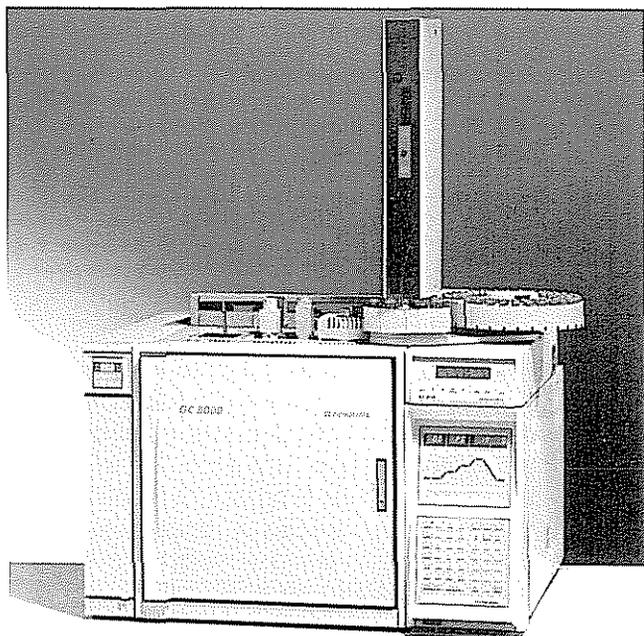
FISON'S

Instruments

NOVEDADES C.E. INSTRUMENTS PRESENTADAS EN EL 18th INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON CAPILLARY CHROMATOGRAPHY
20-24 de mayo, Riva del Garda (Italia)

GC 8000 *Top* Serie

La nueva serie GC 8000 *Top* es la culminación de un desarrollo analítico en cromatografía de gases que nos ha permitido diseñar una plataforma común sobre la que configurar un sistema cromatográfico adaptado exactamente a sus necesidades analíticas, sin tener que comprar más de lo estrictamente necesario, para poder cubrir desde las aplicaciones en el campo del análisis de control de calidad, equipos dedicados de gran productividad, hasta los más completos sistemas para la puesta a punto de complejos métodos analíticos en el laboratorio de investigación.

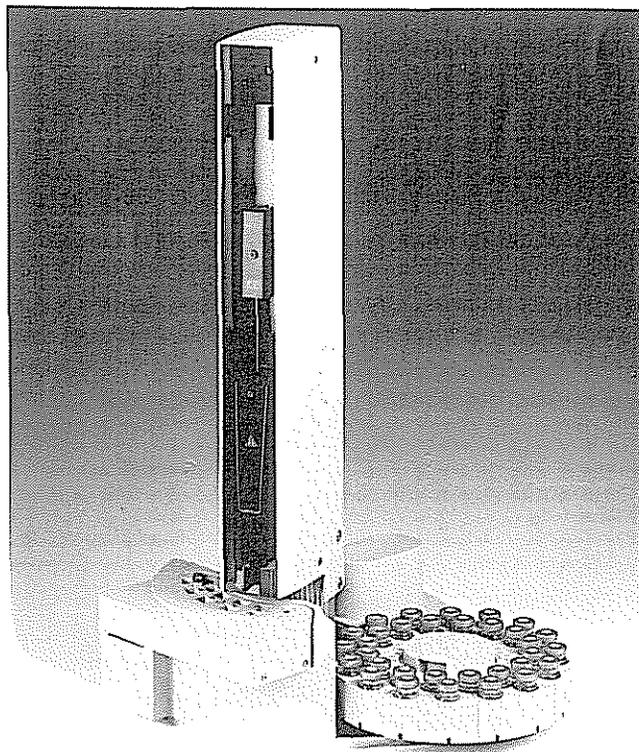


La serie GC 8000 *Top*, permite configurar desde un equipo normal con control neumático analógico, hasta un equipo con control electrónico completo de todos los gases; portador y gases del detector. Se pueden combinar varios detectores en serie; p.e.: ECD/FID; ECD/FPD; ECD/NPD o en paralelo, así como inyector split/splitless, on-column, etc., con un sencillo sistema de cambio tipo cassette y se pueden adaptar todos los periféricos y muestreadores automáticos de C.E. Instruments.

La serie GC 8000 *Top* presenta un nuevo horno cromatográfico cuyo avanzado diseño permite velocidades de calentamiento y refrigeración nunca alcanzadas; de 50 °C hasta 450 °C en sólo 450 seg., desde 450 °C hasta 50 °C en sólo 420 seg.

HS 850 Muestreador Automático de espacio de cabeza

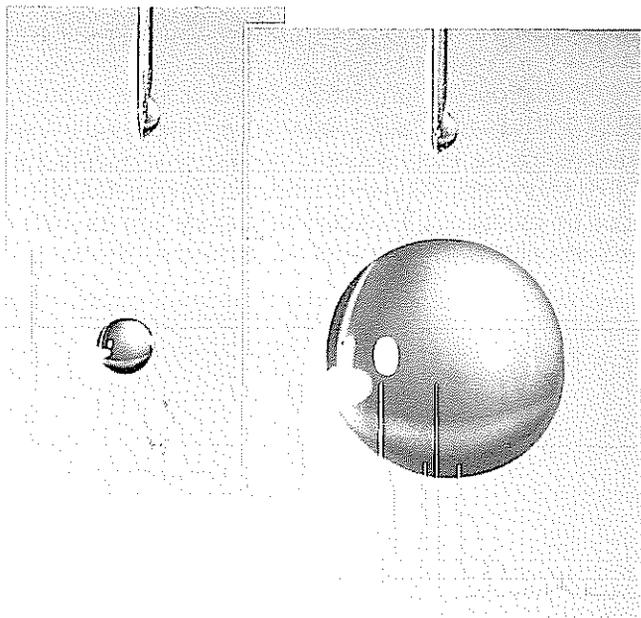
El muestreador automático por espacio de cabeza HS850 totalmente automatizado e integrado en la nueva serie de cromatografía de gases y GC/MS de C.E. Instruments, permite extender la simplicidad, velocidad de producción y efectividad en este tipo de análisis hasta niveles sin precedentes. Incluso en precio.



Usando un ingenioso sistema robotizado permite realizar el calentamiento de muestra y la inyección de forma secuencial y automática, con un considerable ahorro de tiempo. Proporciona una inyección precisa y repetitiva. Incorpora un sistema eficaz de agitación que ahorra tiempo de análisis. El compacto diseño permite su instalación sobre el Sistema Cromatográfico ahorrando espacio sobre la mesa de trabajo, permitiendo la inyección manual de otras muestras, sin desmontarlo. La capacidad de la jeringa de inyección le permite trabajar con columnas capilares o columnas empaquetadas.

Ultra-trace GC y GC/MS

El nuevo sistema Ultra-trace desarrollado por C.E. Instruments, permite automatizar la inyección de grandes volúmenes de muestra para el análisis de trazas en cromatografía de gases así como en combinaciones GC-MS, alcanzando una nueva frontera en los límites de detección y reduciendo el tiempo de análisis y el coste de los mismos. El sistema completo: cromatógrafo, muestreador y detector, incluido el espectrómetro de masas, está totalmente controlado por un potente software instalado en un PC, que permite realizar el trabajo de forma totalmente automática.



El sistema está formado por: un muestreador automático, equipado con una jeringa que permite la inyección de grandes volúmenes; un inyector cold on-column que permite una excelente exactitud y la transferencia de la muestra con total seguridad independientemente de su volatilidad; una pre-columna de desolvatación que permite separar el solvente que fluye al exterior a través de una válvula cuya apertura se controla desde el software; la columna analítica adecuada y el sistema de detección que puede ser cualquiera de los detectores cromatográficos, así como el detector de masas.

Para más información pueden dirigirse a:
Fisons Instruments, S.A.

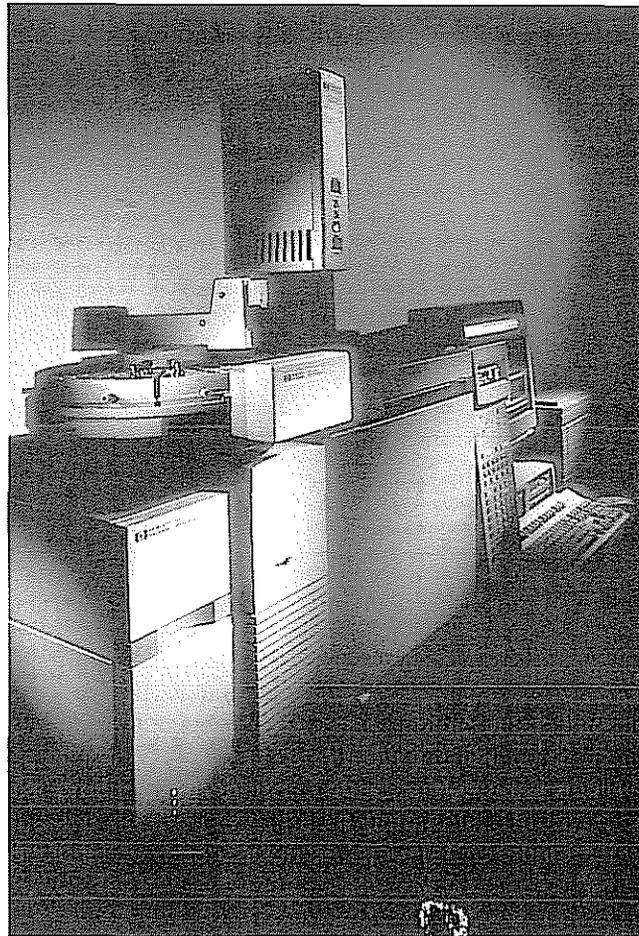
Madrid: Avda. de la Industria, 32. Tel. 91-661 06 42. Fax 91-661 53 80. 28100 Alcobendas (Madrid).

Barcelona: Acero, 30-32, planta 2, módulo 3. Edificio Sertram. Tel. 93-223 09 18. Fax 93-223 09 82. 08038 Barcelona.



NUEVO ESPECTRÓMETRO DE MASAS DE SOBREMESA HEWLETT-PACKARD HP 5973

El nuevo detector selectivo de masas (MSD) Hewlett-Packard HP 5973 es un espectrómetro de masas de sobremesa de alto rendimiento que satisface las necesidades del usuario en lo que se refiere a versatilidad y economía de operación. Combinado con el cromatógrafo de gases de la serie HP 6890, el MSD HP 5973 ha sido diseñado para aplicaciones GC/MS tanto de rutina como sofisticadas en áreas de medio ambiente, industria farmacéutica, análisis petroquímicos y químicos así como análisis de drogas, forenses y de educación.



La detección clásica potenciada

El nuevo cuadrupolo metalizado de oro es el producto de la continua inversión realizada en investigación y desarrollo (R&D) de la tecnología cuadrupolar. Los espectros de masas del cuadrupolo clásico proporcionan unos datos contrastables en el análisis de drogas, análisis forenses, control de calidad en productos farmacéuticos y regulación de medio ambiente.

El calentamiento independiente del analizador cuadrupolo y de la fuente de iones, junto con una interfase capilar directa más corta reduce el tiempo de parada, produciendo ahorros considerables en el análisis masivo de drogas o medio ambiente. Un inyector opcional de vaporización de temperatura programable (PTV) de gran volumen, amplía el rango detectable de concentraciones de muestra y mejora los límites mínimos detectables (MDL) en análisis a niveles de trazas y ultra-trazas.

Análisis de Medio Ambiente

El sistema MSD HP 5973/GC HP 6890 proporciona soporte en análisis de rutina, desarrollo de nuevos métodos e investigación básica de medio ambiente. Entre las aplicaciones analíticas se incluyen tóxicos en aire, volátiles por purga y trampa y semivolátiles y pesticidas en diferentes matrices de muestra. Una nueva opción para inyección de volátiles mejora la recuperación del analito y la integridad cromatográfica de las muestras prevaporizadas introducidas por Headspace o Purge & Trap.

Equipado con una bomba turbomolecular de 250 l/seg. (una de las bombas opcionales), el MSD HP 5973 acepta un flujo de helio de hasta 4 ml/min en el

BARCELONA 22-26 OCTUBRE 1996

EXPOQUIMIA'96

FERIA TECNICA DE LA QUIMICA APLICADA



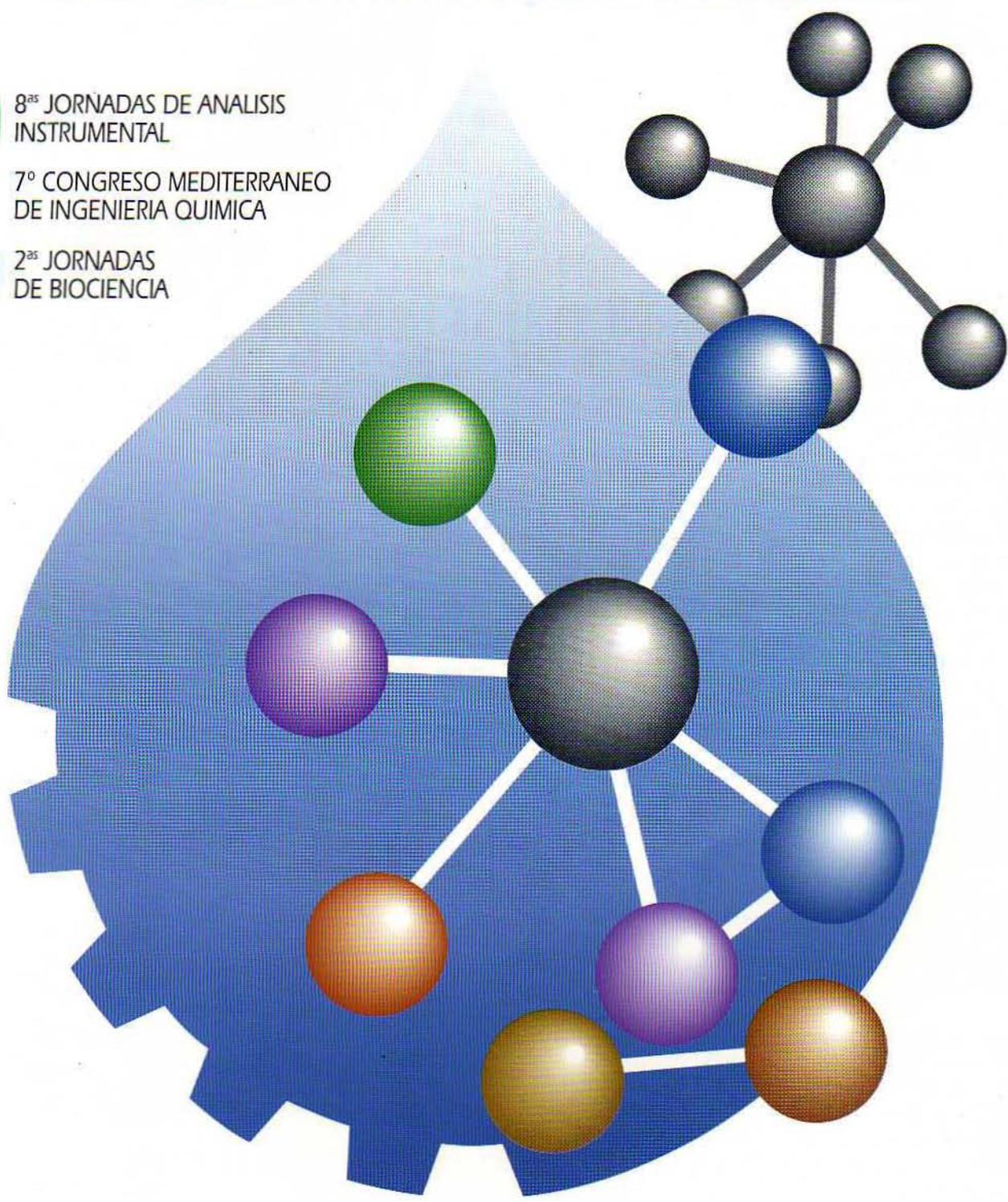
8^{as} JORNADAS DE ANALISIS INSTRUMENTAL



7^o CONGRESO MEDITERRANEO DE INGENIERIA QUIMICA



2^{as} JORNADAS DE BIOCIENCIA



Fira de Barcelona

INFORMACION: Avda. Reina M^a Cristina - E-08004 Barcelona - Tel. (93) 233 20 00 - Fax (93) 233 23 11 - (93) 423 63 48 - (93) 233 20 01

Empresas colaboradoras

PROTECTORAS

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

ASOCIADAS

- GIRALT, S.A.
Capitán Haya, 58
28020 MADRID
- GOMENSORO, S.A.
Aguacate, 15
28044 MADRID
- IZASA, S.A.
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- KONTRON, S.A.
Salvatierra, 4
28034 MADRID
- INGENIERÍA ANALITICA, S.L.
Ctra. Cerdanyola, 65-67
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- MERCK FARMA Y QUÍMICA, S.A.
Polígono Merck
08100 MOLLET DEL VALLÉS
(Barcelona)
- MICROBEAM, S.A.
Trobador, 43-45, bajos
08026 BARCELONA
- MILLIPORE IBÉRICA, S.A.
Avda. Llano Castellano, 13
28034 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DEL OXIGENO
Paseo de Recoletos, 18-20
28001 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CARBUROS METÁLICOS
Plaza de Cronos, 5
28037 MADRID
- SUGELABOR
Sicilia, 36
28038 MADRID
- TEKNOKROMA
Ctra. Cerdanyola, 71, 2º
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- VARIAN-IBÉRICA, S.L.
Avda. Pedro Diez, 25, 3º
28019 MADRID
- WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.
Entenza, 24
08015 BARCELONA

sistema de vacío. Esta característica amplía la gama de columnas utilizables, hasta incluir los capilares de 0,32 mm y 0,53 mm, permitiendo una selección optimizada de la columna, particularmente en aplicaciones de medio ambiente. Las mejoras introducidas por el accesorio de ionización química negativa en cuanto a sensibilidad hacen de éste un sistema idóneo para el análisis de residuos de pesticidas a niveles de traza en agua potable y en alimentos

Análisis de productos farmacéuticos

La detección rápida de impurezas en materias primas y productos acabados es esencial en las fases de fabricación y desarrollo de productos farmacéuticos. El sistema HP 6890/5973 ha sido diseñado para generar rápida y económicamente datos analíticos, como apoyo de las tomas de decisiones de I + D y de producción. Este sistema ofrece:

- reproducibilidad superior en GC por medio del Control Electrónico de la Neumática (EPC) para la programación de la presión del gas portador, del flujo o de la velocidad lineal;
- mayor sensibilidad a través de uso de un detector dínodo de alta energía (HED);
- mejor rendimiento con matrices complejas gracias al calentamiento independiente de la fuente de iones y del analizador;
- mayor rango de aplicación, al incluir compuestos polifluorados con rango de masas 800 amu;
- mejor caracterización de derivados y metabolitos de drogas con un nuevo kit PCI/NCI así como documentación que ayuda al cumplimiento de las GLP.

Entre las aplicaciones analíticas típicas, se incluyen: drogas de prescripción e intermediarios asociados; productos biológicos tales como derivados de sangre, vacunas y extractos alergénicos; productos químicos medicinales y productos naturales.

Control de drogas y análisis forenses

El sistema MSD HP 6890/5973 realiza unos análisis exactos y reproducibles y produce unos resultados defendibles legalmente. Entre las aplicaciones analíticas cuantitativas, se incluyen: análisis de drogas de abuso en casos criminales; pruebas deportivas; análisis de drogas en bruto y análisis de fluidos fisiológicos equinos y caninos.

Aplicaciones para la industria química y petroquímica

El MSD HP 6890/5973 es un sistema GC/MS automático, económico e integrado, que satisface la necesidad de análisis exactos, versátiles, cualitativos y cuantitativos. El sistema realiza análisis exactos y reproducibles de una amplia gama de compuestos y productos orgánicos, incluyendo petróleo, combustibles, disolventes, petroquímicos, polímeros, pinturas, gomas, productos químicos para la agricultura, alimentos, bebidas, sabores, aceites esenciales, productos naturales, tabacos y cosméticos.

Educación

El sistema MSD de sobremesa HP 6890/5973 es una herramienta muy potente y económica para las áreas de investigación y educación. La combinación del mejor GC existente en el mercado con el rendimiento y la versatilidad aún mayores del MSD, hacen del HP 6890/5973 un sistema incomparable de gran ayuda en la enseñanza y un equipo capaz de resolver problemas en tareas de investigación.

HEWLETT-PACKARD Y BRUKER FIRMAN UN ACUERDO PARA COMERCIALIZAR CONJUNTAMENTE LC/MS/MS

Hewlett-Packard y Bruker anuncian la firma de un acuerdo para comercializar conjuntamente el Espectrómetro de Masas Ion Trap con ionización por electrospray ESQUIERE (External Source QUISTOR con Resonance Ejection). El ESQUIERE de Bruker funciona con el Cromatógrafo de Líquidos (HPLC) Serie HP 1100, el sistema de Electroforesis Capilar (CE) HP 3D y el software de la ChemStation de HP.

"El acuerdo combina el liderazgo de HP en HPLC, CE y su profunda experiencia en las aplicaciones LC/MS con la tecnología complementaria de Bruker en ion trap", ha dicho el Dr. Frank H. Laukien, vicepresidente ejecutivo de Bruker, U.S.A.

Dado que el ESQUIRE de Bruker y el HPLC HP Serie 1100 (o el sistema de Electroforesis Capilar HP 3D) son controlados por un único ordenador personal, los científicos dedicados a la investigación pueden ahora realizar confirmaciones estructurales cualitativas de productos sintéticos y biomoléculas utilizando un sistema integrado por cromatógrafo de líquidos/espectrómetro de masas por ion trap/espectrómetro de masas (LC/MS/MS). Se espera que este sistema permita a los científicos de la industria y la enseñanza realizar más eficazmente sus análisis y acelerar el proceso de los descubrimientos científicos.

El acuerdo aumenta la oferta de productos de HP en espectrometría de masas, al incluir un sistema de espectrometría de masas ion trap diseñado para aplicaciones de investigación. A aquellos clientes que precisen la mayor selectividad y la información estructural que proporciona la técnica MS/MS, HP puede ahora ofrecerles la tecnología MSn. Gracias al acuerdo con Bruker, los clientes de HP pueden acceder a esta tecnología a un coste menor que los sistemas de cuadrupolo triple.

"Las tecnologías LC/MS y LC/MS/MS están adquiriendo importancia creciente para quienes trabajan en biocencia y en la industria farmacéutica" ha dicho Richard F. Begley, director general de la División de Analítica HP California. "El acuerdo de HP con Bruker proporcionará a estos clientes un mejor acceso a las grandes prestaciones de los sistemas MSn, así como a la tecnología de ion trap de Bruker".

Hewlett-Packard Española, S.A.

División de Análisis Químicos.

Ctra. de La Coruña, Km. 18,300

28230 Las Rozas, Madrid

Tel.: (901) 11 68 90 - Fax: (91) 637 65 05

CP-SIL 8 CB-MS LA COLUMNA CON MÁS BAJO SANGRADO DEL MERCADO

Beneficios de las columnas MS DE CHROM-PACK

- Mayor relación señal/ruido
- Reducen la contaminación del detector
- Cortos tiempos de estabilización
- Mayor duración

Sangrado mínimo

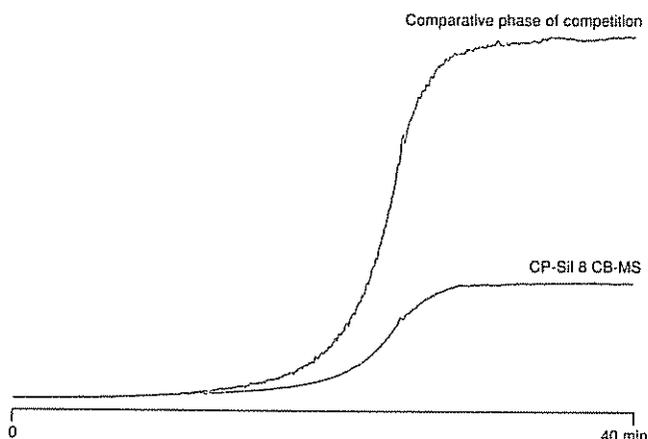
El sangrado es algo inherente en la cromatografía de gases. Está causado por la evaporación o descomposición de la fase estacionaria o por contaminantes. Los productos de descomposición (la cantidad es función de la temperatura) causa una desviación ascendente en la línea base en análisis con programas de temperatura. En análisis isotermos la consecuencia es una línea base con mucho ruido.

El sangrado reduce la capacidad de la columna y por lo tanto su vida.

Sin embargo, por medio de las nuevas técnicas de unión de la fase a la columna con la incorporación de grupos estabilizantes, el sangrado de las columnas Chrompack CP-Sil 5 CB-MS y CP-Sil 8 CB-MS se ha reducido drásticamente.

Comparison of bleed level

Column dimensions : 30 m x 0.25 mm; $d_i = 1.0 \mu\text{m}$
 Temperature : 75°C → 325°C, 10°C/min; 325°C (15 min)
 Carrier gas : N_2 , 60 kPa (0.6 bar, 9 psi)
 Detector : FID T = 335°C



Ideal para detectores de masas o análisis de trazas

Tanto si usted está usando un detector de masas o no, estas columnas tienen muchísimo que ofrecer.

Por su bajísimo sangrado, son ideales para detectores de masas, pero también para realizar análisis

de trazas; características tales como aumento de la relación señal/ruido son críticas ya que es imprescindible un bajísimo nivel de ruido. Además su larga vida, cortos tiempos de estabilización, mínima contaminación del detector las hacen adecuadas para cualquier otro tipo de análisis.

Alta reproducibilidad/Bajos tiempos muertos

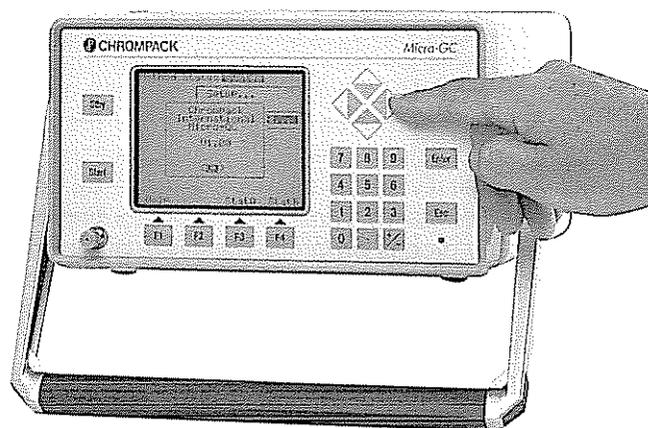
La contaminación de los detectores causados por los productos de sangrado, es un parámetro importante para la reproducibilidad de los análisis. Aunque los productos del sangrado no interfieren con la detección actual, la respuesta del detector debe ser calibrada después de varios análisis. Para minimizar los tiempos muertos, el número de análisis entre calibraciones debe ser el más alto posible.

Comprobación columna a columna de su nivel de sangrado

Después de una etapa muy rigurosa de acondicionamiento, cada columna CP-Sil 5 CB MS o CP-Sil 8 CB-MS es inyectada con una mezcla patrón para comprobar su eficiencia de separación, capacidad y lo inerte que es. Después se comprueba en cada columna individualmente el nivel de sangrado a 325 °C con un detector calibrado.

Gomensoro, S.A. presenta de su representada Chrompack el cromatógrafo para gases más rápido del mundo

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



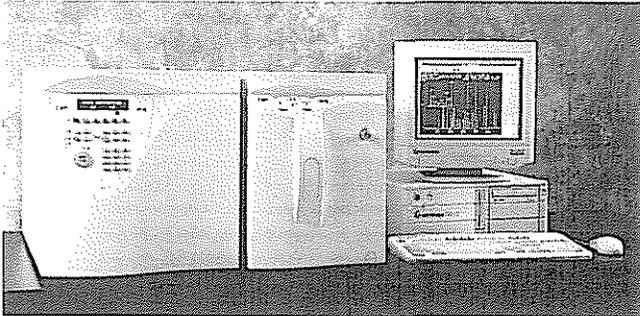
El Micro-GC es muy simple de operar y rápido de estabilizar, sólo tarda unos segundos, mientras que los cromatógrafos normales tardan horas. De esta manera se puede conseguir realizar más de 650 análisis diarios.

Para más información, dirigirse a Gomensoro, S.A., calle Aguacate, 15, 28044 Madrid, teléfono 508 65 86, fax 508 65 11.

GCQ LA SEGUNDA GENERACIÓN DE ION TRAP DE FINNIGAN

Introducción

El modelo GCQ de Finnigan MAT supone una síntesis en un equipo de sobremesa entre espectrómetros de cuadrupolo lineal con los clásicos de trampa de iones.



En el nuevo modelo se han combinado la fuente de iones y el sistema de detección que han demostrado su valía en los cuadrupolos de altas prestaciones de la serie 7000 (cuadrupolos de 25 cm) con una trampa iónica mejorada, una unión que permite prestaciones de MS y MS/MS inigualables.

La combinación de una ionización externa, como en todos los cuadrupolos, con una trampa iónica permite la generación de espectros clásicos sobre todo el rango de masas y unos límites de detección todavía mejores a los que ya se obtenían.

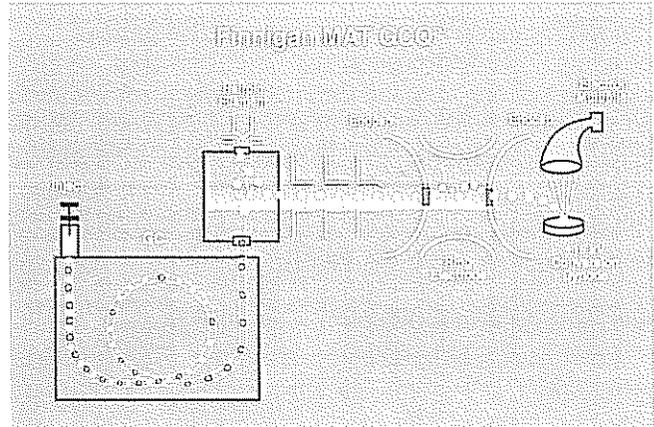
Añadido a estas prestaciones mejoradas, la ionización externa en el GCQ nos permite además de la ionización por impacto electrónico e ionización química, la ionización y detección química negativa.

Ionización externa en una trampa iónica

La generación anterior de espectrómetros de trampa iónica (por ejemplo el Magnum o el ITD) conseguía la ionización y el análisis de masa secuencialmente dentro de la trampa de iones. El efluente que provenía del cromatógrafo de gases entraba en la trampa, donde era periódicamente bombardeado con electrones, generando iones, que eran expulsados a continuación haciendo un barrido de radiofrecuencia.

Mientras que esta arquitectura es adecuada para muchos compuestos, el diseño contribuía a veces a reacciones entre iones y moléculas dentro de la trampa. Debido a que el eluyente del cromatógrafo entraba directamente en la trampa iónica, algunas moléculas no ionizadas se acumulaban dentro de la trampa después de cada ciclo de ionización. Con una abundancia de moléculas neutras (ya fuera proveniente del analito o de sangrado de columna) existía un gran potencial para colusiones de baja energía entre iones y moléculas neutras, algunas veces llamado autoionización química. Esto llevaba a la aparición de iones adicionales o a una distribución diferente de los frag-

mentos generados, lo que dificultaba la identificación del compuesto comparándolo con librerías existentes.



Con ionización externa los iones son creados fuera de la trampa iónica y después inyectados en el analizado de masas (trampa iónica), mientras que el material neutro es reducido drásticamente (ver figura 1). Un ejemplo de ello era el análisis de Atracina donde en el espectro de una trampa iónica aparecía el ion de peso molecular protonizado

También el conseguir eliminar interferencias no deseadas ya en la fuente nos permite aprovechar al máximo el sistema de detección utilizando en la serie 7000 consiguiendo con ello un rango de linealidad más grande, con lo que se consigue una detección y cuantificación de la concentración de la muestra en un rango mucho mayor. La combinación de un espectro de excelente calidad, alta sensibilidad y un rango dinámico mayor, convierten al GCQ en uno de los instrumentos que nos permiten una identificación más segura de compuestos, al mismo tiempo que nos asegura una gran reproducibilidad de la cuantificación.

Mejorando las prestaciones cromatográficas

El poder calentar independientemente la fuente de ionización externa, nos permite trabajar con la temperatura de la fuente más allá de lo que nos posibilita un sistema de ionización dentro de la trampa. Una temperatura más alta elimina los efectos negativos (por ejemplo, "peak tailing") causados particularmente por la adsorción de sustancias con un punto de ebullición y con una polaridad altas. Con una ionización externa conseguimos mantener el analizador de masas más limpio durante más tiempo al mismo tiempo que no necesita un tratamiento de superficie especial. Toda contaminación por ionización quedará reducida a la zona del volumen de ionización, que puede ser fácilmente extraído y limpiado sin interrumpir el vacío. Diseñado para trabajar con presiones de ionización mucho más altas, la arquitectura del GCQ incorpora un sistema de vacío con diez veces más velocidad de bombeo que anteriores generaciones de sistemas de sobremesa. Esta mayor velocidad de bombeo, combinada con la arquitectura de ionización externa, reduce el flujo de moléculas neutras hacia el analizador de masas. El GCQ viene equipado de serie con un inyector de gas helio hacia el espectrómetro de

masas que funciona a modo de tampón, este nuevo diseño asegura unas condiciones y una resolución de masa más estables, independientemente de los flujos de gas provenientes del cromatógrafo de gases.

A velocidad de barrido del GCQ es sencillamente inigualable. Con una velocidad de barrido corriente de 11.000 daltons/segundo, el GCQ nos permite hacer hasta ocho barridos por segundo de todo el rango de masas, lo que significa más del doble que todo sistema de sobremesa y que lo acerca a la integridad cromatográfica de sistemas de FID.

Generando una ionización más potente

La fuente de ionización de altas prestaciones caracteriza al sistema de ionización por volúmenes intercambiables patentado por Finnigan MAT. Los volúmenes intercambiables permiten al usuario cambiar entre ionización química e impacto electrónico pudiendo siempre optimizar las condiciones. La fuente de ionización externa también da al usuario la flexibilidad de trabajar en ionización química a alta presión, consiguiendo iones con aductos de moléculas del gas de reacción lo que nos da una confirmación adicional del peso molecular.

Con la ionización química a presión elevada y el sistema de detección de altas prestaciones el GCQ nos permite generar y detectar iones negativos por primera vez en una trampa iónica comercial.

La manera más común de formar iones negativos es la de crear condiciones en la fuente que generen una población abundante de electrones térmicos (de baja energía). Esto se consigue optimizando la fuente de iones para ionización química a presión elevada para llenarla con gas de reacción (como metano o amoníaco). Bajo estas condiciones muchos analitos son capaces de capturar electrones consiguiendo una carga negativa. Ejemplos de estos analitos pueden ser los halógenos, compuestos aromáticos o no saturados y muchas otras clases de compuestos electronegativos.

Esta característica conocida como ECD-MS es análoga al proceso de ionización en un detector de captura de electrones (ECD), un detector muy utilizado por su alta sensibilidad y selectividad. Como en ECD la ionización química por captura de electrones permita la detección selectiva de compuestos específicos consiguiendo al mismo tiempo información sobre tiempo de retención e intensidad pero además en los espectrómetros GCQ también información sobre el peso molecular e información estructural para una definitiva identificación del compuesto.

Sistema de detección de altas prestaciones

Para completar la versatilidad de la fuente de iones y la ultra sensible trampa de iones el GCQ ha prestado el diseño de su sistema de detección de los modelos SSQ y TSQ (cuadropolos de altas prestaciones). Este sistema de detección incorpora un dinodo de conversión en pos aceleración con un voltaje de ± 15 kV, para la detección de iones negativos y positivos. Para aumentar el rango dinámico.

Para más información dirigirse a:

Kontron Instruments, S.A.

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

Narcis Monturiol, 2, 2^a, 1^a - Tel. 473 74 44

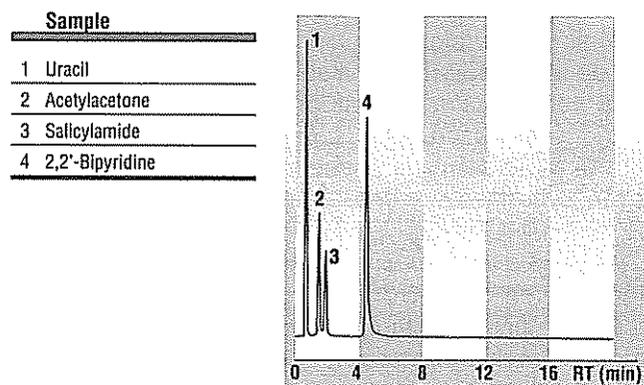
08960 Sant Just Desvern (Barcelona)

MERCK

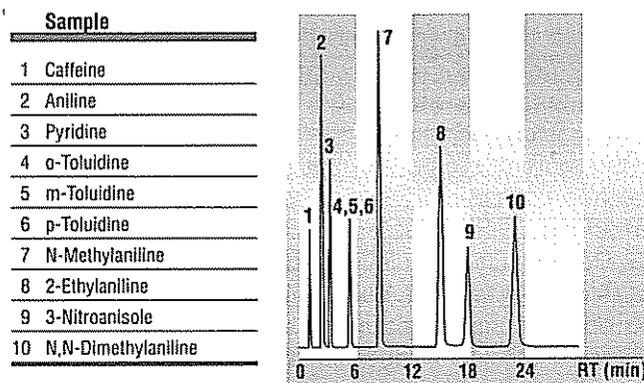
Purospher RP-18

Debido al hecho de que numerosas muestras contienen analitos de naturaleza básica, la necesidad de fases estacionarias de baja actividad residual es cada vez más evidente y muchos esfuerzos han sido realizados en esta dirección. Diferentes estrategias han sido empleadas, no obstante el primer requisito es disponer de un material de partida de alta pureza.

Purospher es un nuevo tipo de fase estacionaria para HPLC desarrollada tomando como base para la matriz, sílice obtenida a partir tetraalcoxisilanos y con un contenido de metales pesados en un rango de concentraciones que no excede las 5 ppm. Con ello se consigue una fase estacionaria de elevada pureza como demuestra la no formación de complejos tipo quelato con el indicador 2,2 bipyridina



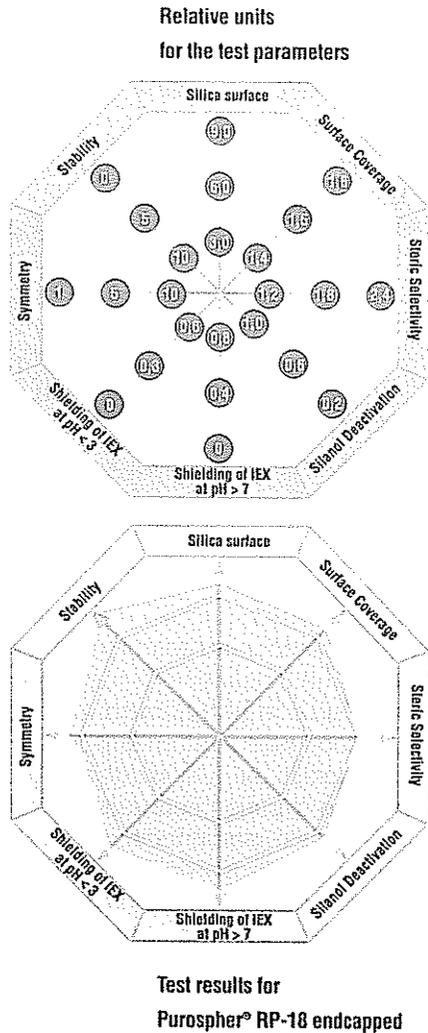
La modificación química en secuencias múltiples y la desactivación de la superficie ha permitido la obtención de una fase en la que su nula actividad queda demostrada por la coelución de las tres toluidinas.



De esta forma Purospher RP-18 resulta una fase estacionaria excelente para la separación de sustancias de naturaleza básica, neutra o débilmente ácidas en eluyentes tan simples como mezclas acetoni-trilo/agua.

Purospher RP-18 endcapped

Mientras que Purospher RP-18 ha sido desarrollado para sustancias de tipo básico, Purospher RP-18e se puede emplear también para la separación de compuestos fuertemente ácidos, con lo que con una sola columna se puede abarcar el trabajo completo de laboratorio.



Purospher RP-18e es el resultado de la aplicación de las más modernas técnicas de producción, lo cual ha conducido a la obtención de un material con unas características de reproducibilidad lote a lote muy elevadas. Esto queda demostrado con el método de caracterización elegido para su control de calidad. Purospher RP-18e es ensayado de acuerdo con el procedimiento desarrollado por Tanaka et al., en el que se presta especial atención a la determinación de la hidrofobicidad, estereoselectividad, recubrimiento superficial y presencia de silanoles residuales. Los resultados (fig. 4) resumidos en el octágono confirman el excelente balance de las propiedades del sorbente y son independientes de pruebas individuales y excesivamente parciales.

Merck Farma y Química, S.A.
División de Reactivos
Tel. (93) 570 67 50
Fax (93) 570 75 20

MILLIPORE

Medición en línea de COT (carbono orgánico total) en los equipos de purificación de agua para laboratorio

En los laboratorios de análisis, control e investigación, el agua purificada es empleada para un gran número de técnicas químicas, biológicas y físicas. La calidad del agua debe estar en relación con las técnicas para las que vaya a emplearse. Tradicionalmente, el método de control de calidad del agua purificada ha sido la medida de su conductividad o resistividad, que nos informa sólo sobre uno de los tipos de contaminantes presentes en el agua: la cantidad total de sustancias ionizadas disueltas. La mayor parte de ellas son sales inorgánicas.

Sin embargo, el agua, además de las sales inorgánicas disueltas, puede contener también compuestos orgánicos disueltos, sólidos en suspensión, contaminantes microbiológicos y pirógenos. Desafortunadamente, la conductividad o resistividad no ofrecen ninguna indicación sobre el nivel de sustancias orgánicas disueltas, ya que sólo algunos compuestos orgánicos de bajo peso molecular se encuentran ionizados en el agua.

Necesidad de la medición de la materia orgánica

La oxidación de la materia orgánica con permanganato potásico no alcanza los requisitos de un gran número de técnicas de laboratorio (algunas precisan niveles inferiores a 10 ppb de materia orgánica para evitar interferencias con compuestos presentes en la muestra). El nivel más bajo de COT puede conseguirse hoy con un sistema que combina una secuencia de etapas de purificación, incluyendo carbón activado, resinas de intercambio iónico, resinas macrorreticulares, oxidación UV a 185 y 254 nm y microfiltración. Todos los materiales empleados, así como su diseño y funcionamiento, deben estar estrictamente controlados con objeto de evitar la aparición de trazas de cualquier tipo de contaminantes.

El COT es uno de los primeros contaminantes en ser desprendidos de las resinas de intercambio iónico. Esto hace que incluso cuando el sistema continúa dando niveles de resistividad superiores a 18 MegaOhmios, el nivel de TOC pueda ser completamente inaceptable. La incapacidad para detectar los contaminantes orgánicos antes de que estos interfieran en los análisis de rutina en el laboratorio es el principal inconveniente de los resistivímetros como sistemas de medida única en los equipos de ultrapurificación de agua para laboratorio.

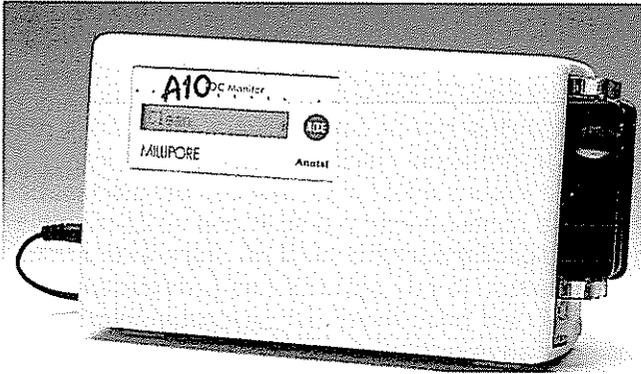
La dificultad de la medición del COT en el agua de grado reactivo viene dada por:

- Las bajas concentraciones de los compuestos orgánicos presentes.
- La necesidad de detectar cualquier tipo de compuesto orgánico presente, independientemente de su estructura.

– La necesidad de hacer la medida en línea con el equipo de producción del agua ultrapura, para evitar interferencias durante la manipulación de la muestra.

Monitor de COT para sistemas de ultrapurificación de agua

Para resolver este problema se ha desarrollado un sistema pequeño y compacto que, adaptando una tecnología patentada y comprobada en las aplicaciones más exigentes, es sin embargo sencillo de usar, fiable y económico: el Monitor de COT Millipore A10.

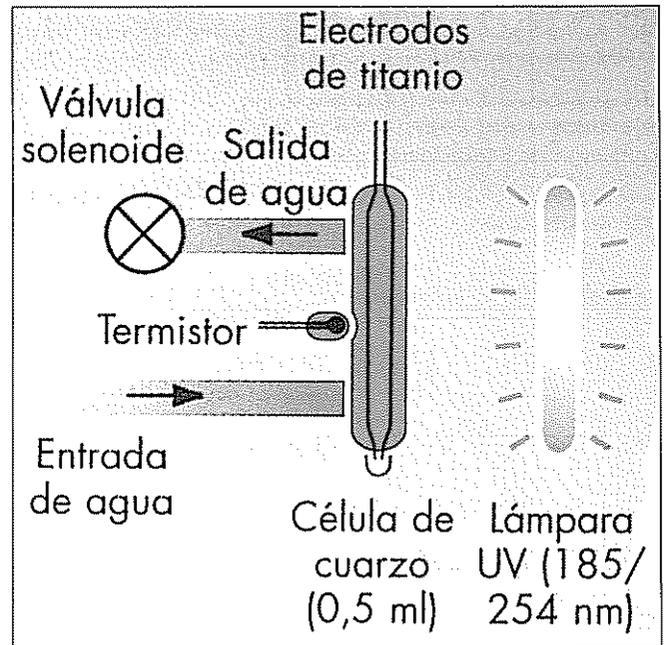


Monitor de COT Millipore A10

Su funcionamiento se basa en la oxidación completa de la materia orgánica presente en el agua hasta CO_2 . El dióxido de carbono disuelto en el agua está en forma de ácido carbónico, que a su vez se disocia en H^+ y HCO_3^- . El cambio de conductividad causada por estos iones es medida mediante complejos algoritmos matemáticos (para asegurarse de que se produce la oxidación completa de la materia orgánica, así como la compensación de la temperatura a 25°C), que tienen en cuenta la primera y segunda derivadas de la conductividad respecto al tiempo para prever el comportamiento de la curva de oxidación, que varía según el tipo y concentración de los compuestos presentes. Después de la oxidación completa el instrumento calcula la concentración de COT presente en el agua.

La reacción de oxidación es muy eficiente y se basa en la producción de radicales hidroxilo libres debido a la interacción de la radiación UV de 185 nm con el agua y con los electrodos de titanio. Una vez producidos los radicales hidroxilo, estos se encargan de oxidar la materia orgánica aprovechando la radiación UV no sólo de 185 nm sino también de 254 nm.

El proceso de oxidación hasta CO_2 será más o menos lento y complejo dependiendo del tipo de compuestos presentes. Por ello, cualquier sistema basado en la simple medida del cambio de conductividad del agua antes y después de la oxidación mediante UV no es válido, ya que debe tenerse en cuenta los tiempos de oxidación reales según el tipo de compuesto y la concentración de los mismos.



Esquema de la célula de oxidación y medida del Monitor de COT Millipore.

La célula está diseñada para proceder primero al llenado de la misma, pasando después a la oxidación de la materia orgánica presente en el agua y finalmente a la lectura del COT. El propio instrumento exige, antes de proceder a la medida, que la oxidación de la materia orgánica sea total. Para ello, aunque la oxidación está fijada a 3 minutos, si los algoritmos matemáticos determinan que la oxidación no está completa, el proceso de oxidación se alarga otros 3 minutos y así sucesivamente hasta un total de 9 minutos. Si después de este periodo la oxidación continúa sin ser completa, el sistema indica un error de medida. La experiencia nos demuestra que 3 minutos es un tiempo suficiente cuando se trata de medir el COT en el agua de un sistema de purificación de laboratorio.

El Monitor de COT Millipore A10 es sencillo de operar y apto para monitorizar cualquier equipo que produzca agua con menos de 200 ppb.

Para recibir más información, póngase en contacto con:

Millipore Ibérica, S.A.
Avda. Llano Castellano, 13
E-28034 Madrid - España
Tel. (91) 729 03 00
Fax (91) 729 29 09.
Millipore Ibérica, S.A.
Entenza, 24
E-08015 Barcelona - España
Tel. (93) 325 96 16
Fax (93) 325 98 96
Correo electrónico: iberica@millipore.com

ULTIMAS NOVEDADES EN COLUMNAS TRACSIL

Teknokroma amplía su rango de columnas capilares

Continuando con nuestros estudios de investigación de todos los procesos que se ven envueltos en la fabricación de una columna capilar, encaminados a la obtención de productos, que cumplan con las más estrictas especificaciones de calidad, hemos podido ampliar la gama de las columnas presentes en nuestro catálogo, con la introducción en el mercado de las siguientes:

TR-ESTEROL: Columna específica para el análisis de esteroides, que se entrega comprobada con un test de esteroides.

TR-CRESOL: Columna específica para el análisis de fenoles y ácidos cresílicos, que se entrega comprobada con un test específico de fenoles. Separa el par m-cresol/p-cresol, 2,4-xileno/2,5-xilenol.

TR-SULFUR: Columna específica para el análisis de compuestos azufrados volátiles.

TR-USP-G27: Columna específica para el análisis de solventes volátiles en productos farmacéuticos. Se entrega comprobada con una separación de los 5 disolventes regulados por la farmacopea americana.

TR-PEPG: Columna entrecruzada y químicamente ligada con una fase de tipo polietilenpropilén glicol, similar a la UCON®. Fase de polaridad intermedia entre las fenilmetilsiliconas y las de polietilenglicol, adecuada para la separación de alcoholes, solventes y ésteres metílicos.

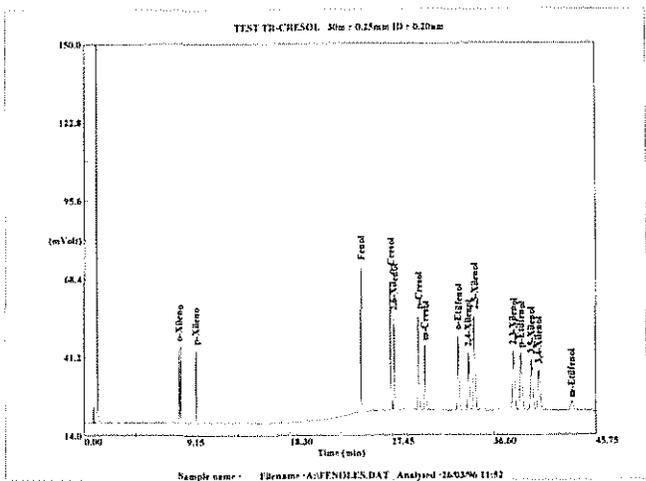
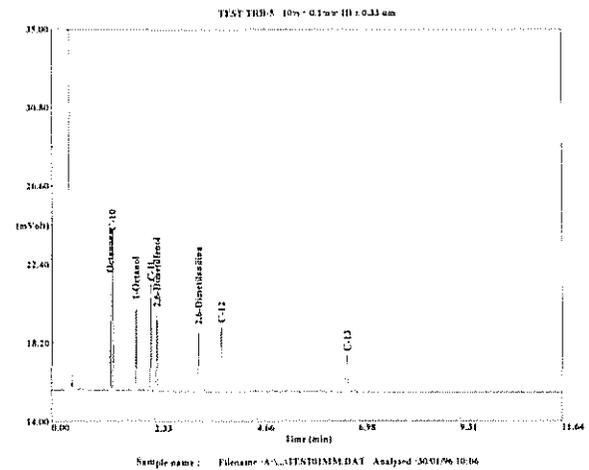
TR-F50: Columna entrecruzada y químicamente ligada con una fase del tipo fluorometilsilicona (50% trifluoropropil). Columna de utilización general con una gran selectividad hacia las moléculas con grupos que ceden electrones, debido al elevado momento dipolar del grupo fluoropropil.

TR-PETROL (100 m x 0,25 mm ID x 0,50 µm): Columna para el análisis de mezclas complejas de hidrocarburos.

TR-50.2 (50 m x 0,20 mm ID x 0,50 µm): Columna equivalente a la columna de Hewlett Packard HP-pona.

TR-225: Columna entrecruzada y químicamente ligada con una fase de tipo policianopropilmetil (25%-)fenilmetil (25%) siloxano. Su aplicación principal es la separación de ácidos grasos y azúcares.

También presentamos las columnas de alta velocidad **Tracsil® TR-100-µM**. Estas columnas de 0,1 mm de diámetro interno y de 10 m de longitud, se pueden conectar a un cromatógrafo convencional equipado con un inyector split/splitless y permiten debido a su gran eficacia (aproximadamente 10.000 platos teóricos por metro) y diámetro reducido efectuar análisis con una gran rapidez respecto a las columnas capilares corrientes sin pérdida de su poder de resolución.



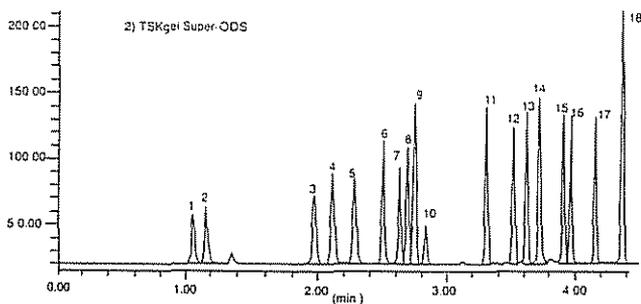
TSKgel Súper-ODS

- Máxima eficacia: 200.000 N/m.
- Rapidez: tiempos de análisis típicos entre 1 y 5 minutos.
- Mayor sensibilidad de detección.
- Relleno totalmente desactivado, con total ausencia de grupos iónicos o de trazas metálicas.

La nueva columna TSKgel Súper-ODS contiene un nuevo relleno C18 funcionalizado sobre una partícula de sílica porosa de 2 µm y 110Å de poro. Este nuevo relleno incrementa espectacularmente la resolución y la velocidad de las separaciones cromatográficas, además de mejorar la sensibilidad de detección y reducir el consumo de fase móvil.

Gracias a la extremada uniformidad del tamaño de la partícula del relleno, es posible trabajar ahora con un relleno de 2 µm de diámetro sin que esto signifique un incremento importante de la presión de trabajo.

Gracias a la superficie totalmente desactivada del relleno esta columna está indicada para la separación de una amplia gama de compuestos de peso molecular inferior a 20.000 daltons, como por ejemplo péptidos, aminoácidos, nucleótidos, compuestos farmacéuticos y alimentarios, etc.



Conditions:
 Sample 1. Asp, 2. Glu, 3. Ser, 4. Gly, 5. His, 6. Arg, 7. Thr, 8. Ala, 9. Pro, 10. NH₂, 11. Try, 12. Val, 13. Met
 14. Cys, 15. Ile, 16. Leu, 17. Phe, 18. Lys
 Column 1. TSKgel ODS-80Ts (4.6mmID x 15cm)
 2. TSKgel Super-ODS (4.6mmID x 10cm)
 Eluent A. Acetonitrile/50mM acetate buffer (pH6.0) = 3/97; B. Acetonitrile/H₂O = 60/40
 1. 0min (B:5%)16min (B:70%)16min (B:100%)
 2. 0min (B:5%)4min (B:70%)4min (B:100%)
 Flow Rate 1. 1.0 ml/min, 2. 1.5 ml/min
 Detection UV @ 254nm
 Injection 5µl (250 pmol)

NUEVO CATÁLOGO TOSOHAAS

Teknokroma presenta el nuevo catálogo de nuestra representada TosoHaas.

TosoHaas es el más importante suministrador de productos de biocromatografía para las más diversas aplicaciones farmacéuticas y biotecnológicas.

Las más de 500 referencias incluidas en este nuevo catálogo están seleccionadas cuidadosamente para cubrir las necesidades de los bioquímicos y técnicos implicados en analizar, aislar y purificar proteínas, péptidos, enzimas, oligonucleótidos, oligo y polisacáridos, antibióticos y otras biomoléculas.

El rango de productos TosoHaas para biocromatografía se inicia con la gama TSK-GEL de columnas de HPLC, continuando con las columnas MD Methods Development y llegando finalmente a las resinas preparativas Toyopearl y Amberchrom, cubriendo así todo el campo de aplicaciones, desde el nivel de laboratorio hasta la escala industrial, incluyendo además en cada uno de ellos, todas las técnicas cromatográficas más avanzadas:

- Intercambio iónico (IEX).
- Filtración de gel (GFC).
- Interacción hidrofóbica (HIC).
- Fase reversa (RPC)
- Afinidad (AFC).

Además de la amplia información técnica incluida en el catálogo, TosoHaas ofrece además un sólido soporte y apoyo técnico a través de la amplia información que publica periódicamente así como a través del personal técnico de nuestra empresa.

Para más información diríjense a:

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

Madrid: (91) 350 19 82.

Sevilla: (95) 461 01 92.

Vizcaya: (94) 467 35 45.

Valencia: (96) 362 08 07.

varian

VARIAN PRESENTA EL NUEVO GC/MS SATURN 2000

Varian ha presentado recientemente el nuevo GC/MS Saturn 2000, con un sistema de ionización interna que ofrece mayor sensibilidad y precisión tanto para muestras complejas como para análisis de rutina.



El diseño del sistema de ionización interna también minimiza el mantenimiento de espectrómetro y ofrece mayor fiabilidad y robustez, con un menor coste de operación.

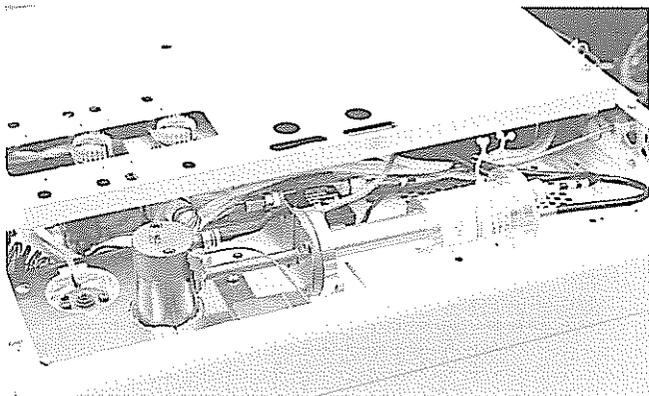
Con la posibilidad exclusiva de realizar funciones MS "in-time", en tiempo en lugar de en el espacio, el sistema Varian ofrece la ventaja de un mayor rango de técnicas MS con un coste menor y una mayor sencillez. El Saturn 2000 alcanza esta flexibilidad gracias a las opciones "Wave-board" que permiten el almacenamiento selectivo, la eliminación y la disociación de iones según las necesidades de cada aplicación. Se ha eliminado la necesidad de cambio de hardware para el cambio de detector. Como resultado, pueden aplicarse diferentes condiciones MS a cualquier punto del cromatograma para lograr resultados óptimos para cada compuesto de la muestra. También es posible mejorar la productividad gracias a la posibilidad de operación desatendida.

La total automatización del sistema permite la alternancia de diferentes técnicas, como el cambio de acetonitrilo en CI a MS/MS/MS en un mismo análisis. Se logra así la máxima flexibilidad para el analista, sin problemas de tiempo ni de hardware por el cambio de técnica.

DETECTOR PFPD: MÁXIMA SENSIBILIDAD

Varian presenta el revolucionario Detector Fotométrico de Llama por Pulsos (PFPD) para la detección de sulfuros y compuestos fosforados que mejora la sensibilidad de otros detectores al tiempo que ofrece

menor consumo. El detector PFPD Varian ofrece la misma sensibilidad y selectividad de los detectores de quimiluminiscencia a un coste mucho menor



El detector PFPD permite una óptima selectividad de los compuestos de interés gracias al exclusivo diseño que no mantiene una llama constante. La llama se propaga a través del detector, genera la combustión de las moléculas de la muestra y se apaga tras quemar la mezcla de combustible creando un "pulso". Empleando un sistema electrónico especial y un filtro adecuado, la señal es recogida sólo durante la emisión del elemento de interés, ofreciendo una óptima selectividad.

El diseño del PFPD permite una enorme sensibilidad gracias a la señal de máxima claridad que recoge. Además, el consumo de hidrógeno/aire es menor.

El detector PFPD es compatible con todos los tipos de columnas e inyectores. El control del detector y los componentes se instalan en el propio cromatógrafo, eliminando la necesidad de espacio adicional. El PFPD es ideal para la detección de pesticidas sulfurados y fosforados, compuestos sulfurados y nitrógeno en petróleos de manganeso en gasolinas y suelos, hidruros de boro, silicio, arsénico y germanio en gases de alta pureza, entre otros

Para más información, por favor, contacte con:

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

Waters

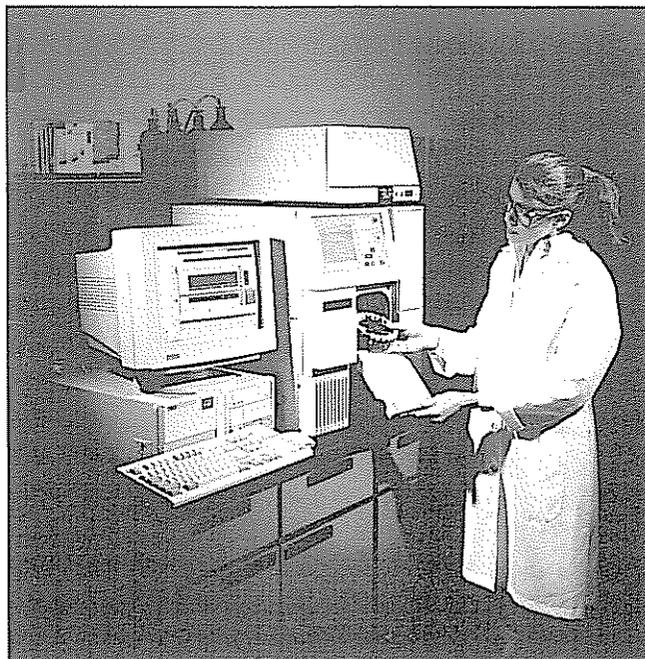
Waters presenta la nueva gama de sistemas HPLC Alliance

Cada día los usuarios de cromatografía solicitan de los equipos de HPLC una mayor calidad en la separación pidiendo una mejor precisión, exactitud y reproducibilidad. La razón está en unas muestras más sofisticadas que requieren separaciones más complejas y con mayor sensibilidad y de la necesidad de adaptarse a una normativa más exigente.

Por su parte los fabricantes han tenido durante años un mismo concepto en el desarrollo de los equipos de HPLC utilizando tecnologías que no han evolucionado. Esto explicaría la creencia que los límites de calidad y fiabilidad han llegado a su máximo y que la variabilidad de los resultados es intrínseca a la misma técnica.

Hoy, Waters desafía esta teoría dando un enfoque definitivamente nuevo al HPLC.

Una nueva dirección inspirada en los más recientes avances tecnológicos basados en 30 años de experiencia en HPLC. Waters presenta su nueva gama de productos Alliance.



Alliance es un nuevo concepto en sistemas de HPLC basados en el Módulo de Separación 2690 que combina la gestión y control de los eluyentes y las muestras.

Las principales ventajas que ofrece al usuario son:

- Baja dispersión, con un volumen muerto típico de aproximadamente 500 μ l incluyendo la fluidica de inyección automática.
- Una nueva tecnología en la gestión y control de los eluyentes que revolucionará la técnica de HPLC ofreciendo una precisión de flujo y una ausencia total de pulsaciones hasta ahora jamás imaginada.
- Un fácil mantenimiento sin necesidad de herramientas.
- La gestión y control de la inyección de muestras integradas en el mismo módulo con un aumento del 25% su capacidad.

El Módulo de Separación 2690 es la base de los sistemas Alliance. Está dotado de una nueva tecnología en el suministro de los eluyentes basada en la total independencia y el control electrónico de los pistones que transforma el efecto de la bomba en una jeringa sin fin. Como consecuencia el flujo resultante es extremadamente preciso y desprovisto de cualquier pulsación tanto en modo isocrático como un

gradiente. Gracias a sus sensores de presión, con información en tiempo real, el microprocesador integrado en el 2690 compensa todo cambio de viscosidad y compresibilidad de los eluyentes. Las fases móviles sin desgasificar no representan ningún problema. El cambio de juntas y pistones se realiza sin ninguna herramienta ni desconexión del circuito fluidoico.

La gestión y control de las muestras está basada en el inyector Waters 717plus, con la mayor reputación del mercado por su precisión, linealidad y reproducibilidad. El 2690 dispone de una alta capacidad de gestión de muestras con cinco carruseles independientes de 24 muestras cada uno que ofrece la flexibilidad necesaria para el empleo de multimétodos y/o su utilización por varios usuarios.

Un lector de disquete está incluido de serie en los sistemas Alliance y permite por primera vez, dadas las características del sistema, la transferencia directa de métodos entre dos unidades sin ningún tipo de corrección posterior. El seguimiento electrónico en tiempo real de todas las condiciones de trabajo permite el constante registro de cualquier anomalía facilitando el cumplimiento de las normas GLP y anticipando la necesidad de un mantenimiento preventivo. La baja dispersión hace del equipo un sistema ideal para todo tipo de columnas. Puede incorporar desgasificador de eluyentes por vacío, lavado dinámico de juntas y émbolos y control integral de la temperatura en la columna y muestras para evitar su evaporación o inestabilidad.

Flexibilidad de detección y gestión de datos

La flexibilidad en la elección del tipo de detector es un elemento clave en el concepto Alliance. Waters le facilita la solución óptima para trabajar con detectores UV/VIS, fotodiodos, índice de refracción, fluorescencia, electroquímico o cualquier otro tipo.

Alliance es totalmente compatible con los sistemas Millennium 2010 Chromatography Manager y/o el 2020 en red Cliente/Servidor el software de gestión cromatográfica más avanzado del mercado. Waters responde a la demanda de los cromatografistas.

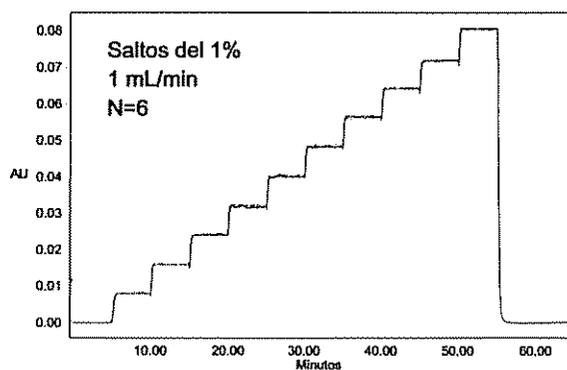
Después del lanzamiento de productos como las nuevas columnas Symmetry que representen un nuevo estándar de calidad en el mercado y del sistema de gestión de datos y control Millennium conjuntamente con el detector de fotodiodos 996 y otros detectores, Waters completa su línea de productos con el Módulo de Separación 2690 configurando los nuevos

Sistemas de HPLC Alliance que representan la más innovadora tecnología en el campo de la HPLC.

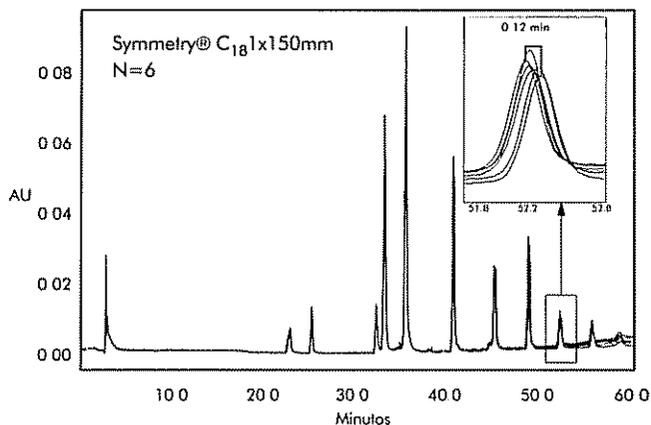
Alliance, una asociación de posibilidades

En los ejemplos adjuntos se puede comprobar la gran fiabilidad de los sistemas Alliance. En la figura 1 podemos ver el perfil de un gradiente entre 0 y 10% en saltos del 1% de 6 inyecciones repetidas. En la figura 2 la superposición de 6 análisis de una misma muestra analizada con gradientes y flujo de 50 $\mu\text{L}/\text{min}$. con un detalle ampliado de la dispersión de los tiempos de retención en un pico a los 51 min. de análisis equivalente a 6 μL de fase móvil que demuestra la gran precisión tanto en el flujo como en la formación de gradientes de los sistemas Alliance.

Sistemas Alliance - Saltos de Gradiente 1%



Reproducibilidad de gradiente 50 $\mu\text{L}/\text{min}$



Waters Cromatografía, S.A. - Entenza, 24 - 08015 -
Tel. (93) 325 96 16.

Con LaChrom

la HPLC acaba de entrar en el siglo XXI



¿Una afirmación ambiciosa?
En absoluto.

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

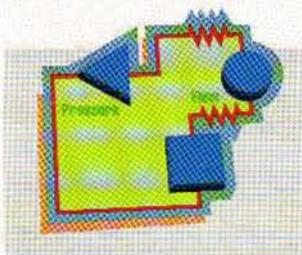
Combinando innovación técnica con sencillez de manejo, LaChrom hace el trabajo de laboratorio más fácil y seguro, al tiempo que incrementa notablemente la calidad de los resultados.

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

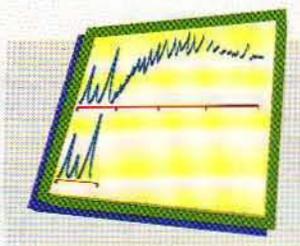
Así puede Ud. estar seguro de que LaChrom no sólo es el prelude del siglo próximo, él seguirá funcionando perfectamente cuando este llegue.

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

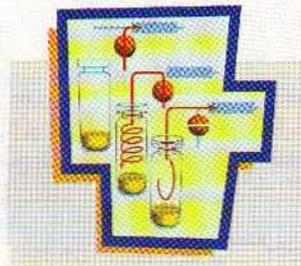
MERCK



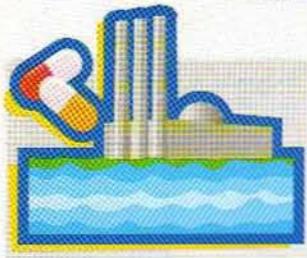
1 Ausencia de mandos en la programación neumática, mediante PPC™.



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



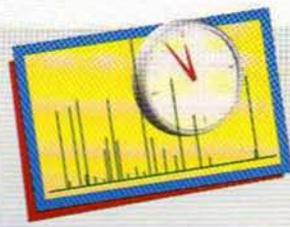
3 Espacio de Cabeza, con presurización equilibrada.



4 Configuraciones específicas, para sus aplicaciones concretas.



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



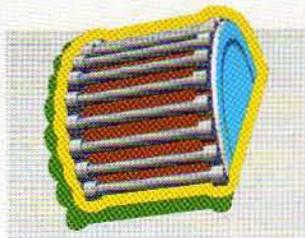
6 Rapidísimo vacío en GC/MS.



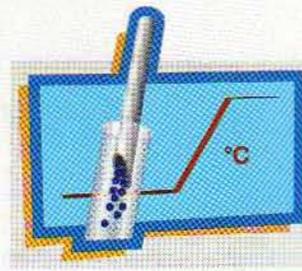
7 Máxima fiabilidad, con el automuestreador incorporado.



8 Tratamiento de datos sin parangón, vía Turbochrom™.



9 Inigualable Desorción Térmica.



10 Inyector capilar universal, con temperatura programada.

10 razones para que su nuevo GC sea el AutoSystem XL

Razón 2: Rapidez analítica y larga vida cromatográfica.

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

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



Perkin Elmer le facilitará todos los detalles.

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

Contacte con Perkin Elmer:

Tel. 91 803 42 10.



**Nuevo AutoSystem XL
Cromatógrafo de Gases**

PERKIN ELMER

The Perkin-Elmer Corporation, 761 Main Avenue, Norwalk, CT 06850-0162, USA
Perkin-Elmer Ltd., Post Office Lane, Beaconsfield, Bucks HP8 1QA, UK; Boonstroom Perkin-Elmer GmbH, Postfach 10 17 61, D-68647 Ueberlingen, Germany
AutoSystem XL, PPC, PreVent and Turbochrom are trademarks of The Perkin-Elmer Corporation.
All analytical instruments and systems manufactured by Perkin Elmer are developed and produced under the quality requirements of ISO 9001.