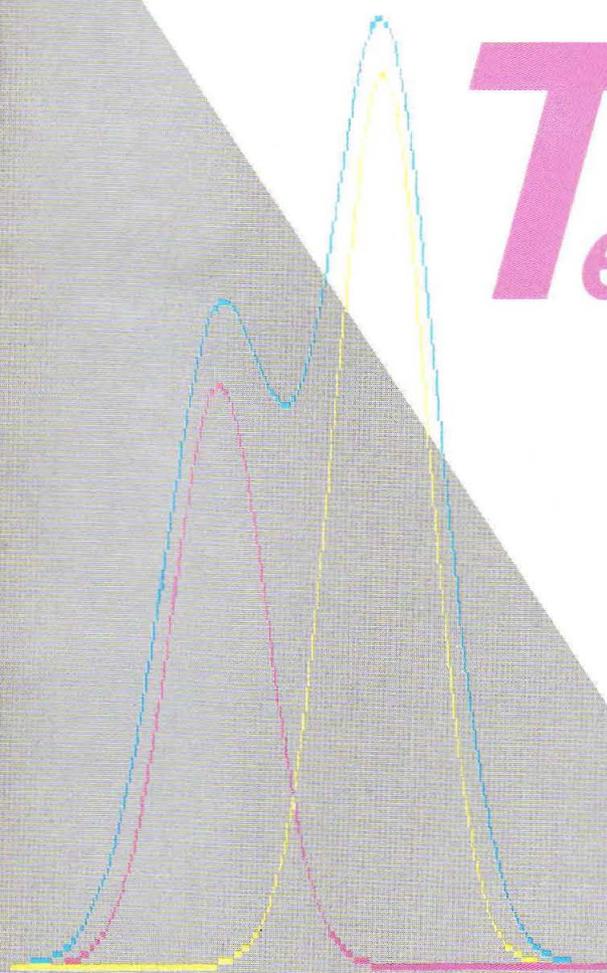


Cromatografía y

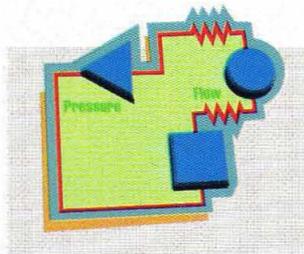
Técnicas

A fines

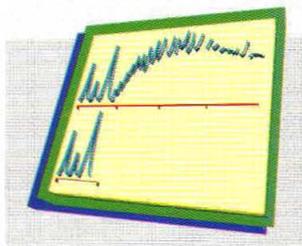


*Boletín del Grupo de Cromatografía
y Técnicas Afines de la Real Sociedad
Española de Química*

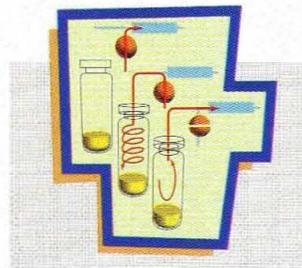
Volumen 16. Núm. 2 (1995)



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



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



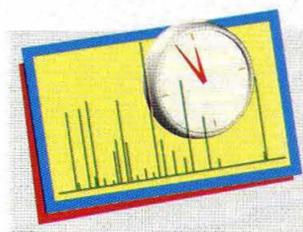
3 Espacio de Cabeza, con presurización equilibrada.



4 Configuraciones específicas, para sus aplicaciones concretas.



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



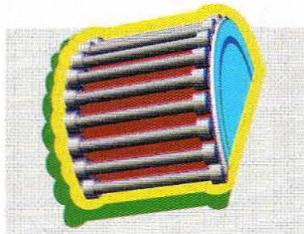
6 Rapidísimo vacío en GC/MS.*



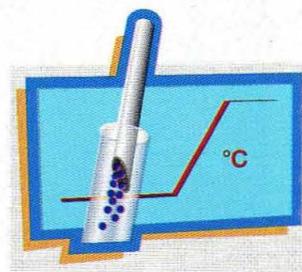
7 Máxima fiabilidad, con el automuestreador incorporado.



8 Tratamiento de datos sin parangón, vía Turbochrom™.



9 Inigualable Desorción Térmica.



10 Inyector capilar universal, con temperatura programada.

10 razones para que su nuevo GC sea el AutoSystem XL

Razón 2: Rapidez analítica y larga vida cromatográfica.

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

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



Perkin Elmer le facilitará todos los detalles.

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

Contacte con Perkin Elmer:

Tel. 91 803 42 10.



**Nuevo AutoSystem XL
Cromatógrafo de Gases**

PERKIN ELMER

The Perkin-Elmer Corporation, 761 Main Avenue, Norwalk, CT 06859-0012, USA
Perkin-Elmer Ltd., Post Office Lane, Beaconsfield, Bucks HP9 1QA, UK; Bodenseewerk Perkin-Elmer GmbH, Postfach 10 17 61, D-88647 Ueberlingen, Germany
AutoSystem XL, PPC, PreVent and Turbochrom are trademarks of The Perkin-Elmer Corporation.
All analytical instruments and systems manufactured by Perkin-Elmer are developed and produced under the quality requirements of ISO 9001.

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, diciembre de 1995. Vol. 16, núm. 2
ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

38 EDITORIAL

39 Nuevas tendencias en el análisis de los vinos por cromatografía de gases, *por M.S. Pérez Coello y M.A. González-Viñas.*

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

46 Trabajos de la Reunión de 1994 publicados en el J. Chromatography.

47 Reseña de libros.

49 Comités editoriales.

NOTICIAS DEL GCTA

49 Próxima reunión.

49 Sobre las próximas JAI.

50 Asamblea anual del GCTA.

INFORMACIONES

53 Calendario de actividades.

55 Congresos celebrados.

NOVEDADES TÉCNICAS

59 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

Estamos entrando una vez más en período preelectoral con recambio en la presidencia del GCTA. Ello conlleva la confección de la correspondiente candidatura que tradicionalmente, como sucede en la mayoría de sociedades, presenta la Junta Directiva para la aprobación de la asamblea constituyente. Este proceso, como de todôs es sabido, no excluye la presentación de una candidatura alternativa por parte de cualquier miembro del Grupo siempre que se atenga a los estatutos de los grupos especializados de la Real Sociedad Española de Química. En cualquier caso, esta vez se plantea mi definitiva despedida como presidente del Grupo ya que después de mi reelección, hará pronto cuatro años, conviene la renovación de este cargo. Digo definitiva y utilizo el boletín como medio de difusión para evitar que a nadie se le ocurra la "gran idea" de pedir y apoyar mi eventual reelección como sucedió la vez pasada. En cualquier caso, si se me permite opinar en este tema creo que no debemos aferrarnos a fórmulas de alternancia pura y simple entre candidatos de Madrid y Barcelona sino buscar la máxima eficacia y dinamismo para el Grupo tanto en su proyección nacional como en la internacional. No debe importarnos de donde sea nuestro próximo presidente sino más bien lo que está dispuesto a hacer por el Grupo y el apoyo que todos le podemos dar para rentabilizar al máximo sus esfuerzos.

Cualquiera que sea el candidato finalmente seleccionado me atrevería a pedirle que aparte de las actividades propias del cargo que ya le vendrán rodadas, siguiese buscando fórmulas para dinamizar las reuniones científicas del Grupo ya sea en solitario o en el marco de otros eventos de importancia como lo es por ejemplo EXPOQUIMIA. Esta reunión anual, aparte del excelente vínculo de comunicación que supone este boletín, representa una gran oportunidad de hacer ciencia en un entorno amistoso y relajado en donde el contacto personal lo es todo. Por otro lado y en la misma línea le pediría que afianzase la proyección exterior de nuestra parcela científica para que se nos reconozca en todo momento nuestro peso específico corporati-

vo. En este sentido, me enorgullece haber conseguido la nominación de Barcelona para la celebración de dos conferencias internacionales de tanto relevancia como son el [HPLC'99] o International Symposium on High Performance Liquid Separations and Related Techniques y la 15th International Conference on Mass Spectrometry para el año 2000. Son dos retos importantes a los que deberemos enfrentarnos con entusiasmo y dedicación y para los que como presidente de ambos eventos espero poder contar con la colaboración del nuevo presidente del GCTA y de la junta directiva. En este sentido todavía tenemos asignaturas pendientes de importancia como son la escasa participación en foros internacionales de miembros del GCTA y la carencia de una sección o Grupo de Espectrometría de Masas debidamente estructurada a escala nacional. Por ejemplo, el profesor W. Lindner, presidente de HPLC'95 celebrado en Innsbruck en mayo de 1995, me agradecía por carta en febrero mi colaboración respecto a la popularización del HPLC'95 en España ya que en comparación con años anteriores se habían recibido un número de contribuciones de autores españoles considerablemente mayor que en años anteriores (¡unas diez!). A pesar de sus amables palabras es evidente que no podemos darnos por satisfechos con esta situación y hay que trabajar por aumentar en el futuro inmediato nuestra participación en estos eventos internacionales. De lo contrario nuestro interés por atraer este tipo de reuniones internacionales a nuestro país contrastaría desfavorablemente con nuestra escasa presencia activa en los mismos. En este sentido también debo destacar la necesidad y conveniencia de preparar adecuadamente una buena participación todos los miembros del GCTA que así lo deseen en el 8th Symposium on Handling of Environmental and Biological Samples in Chromatography que se celebrará conjuntamente con nuestra 26 Reunión Anual en Almería del 25 al 28 de octubre de 1997 y de cuya organización encontraréis más información en este boletín.

Emilio Gelpí
Presidente del GCTA

Nuevas tendencias en el análisis de los vinos por cromatografía de gases

Pérez-Coello, M.S. y González-Viñas, M.A.

Área de Tecnología de Alimentos. Facultad de Ciencias Químicas.

Universidad de Castilla-La Mancha. Campus Universitario s/n. 13071 Ciudad Real

INTRODUCCIÓN

Las técnicas cromatográficas se han manifestado desde sus orígenes como el método más idóneo para el análisis de muestras complejas. La cromatografía de gases es el método por excelencia para el análisis de muestras volátiles y permite una mayor resolución en el análisis de muestras no volátiles que la cromatografía de líquidos, siempre que se haga la derivatización previa de la muestra.

Los componentes no volátiles del vino son los que se encuentran en mayor concentración (azúcares, polialcoholes, ácidos fijos, aminoácidos, polifenoles...), siendo los causantes de las sensaciones gustativas y táctiles (dulzor, acidez, astringencia...). Sin embargo, la fracción volátil, formada por una gran variedad de familias de compuestos, es la más interesante desde el punto de vista sensorial.

Algunos de estos compuestos se forman durante la fermentación (alcoholes superiores y ésteres) o envejecimiento (fenoles volátiles, acetales...), mientras que otros proceden de la uva (terpenos).

El aroma del vino está formado por una mezcla equilibrada de todos ellos, siendo especialmente importantes aquellos que tienen umbrales de percepción olfativa más bajos y cuyo análisis químico requiere muchas veces técnicas especiales de enriquecimiento (Gunata y col., 1990).

Los actuales avances de la cromatografía de gases aplicada al análisis de vinos están enfocados por un lado, a la utilización de la menor cantidad de muestra posible para determinar el mayor número de componentes de una manera rápida, sencilla y repetitiva (sistemas de inyección de grandes volúmenes de muestra, inyectoros "purge and trap"...); y por otro lado, a la detección e identificación de componentes traza de interés (Rapp y col., 1993), bien sea por su contribución positiva al aroma del vino, por su posible efecto negativo ("off flavors") o por su interés sanitario (antifermentos).

EL ANÁLISIS DE LA FRACCIÓN VOLÁTIL DEL VINO

El conocimiento de la composición química del aroma de los vinos tiene un interés intrínseco y han sido muchos los investigadores dedicados a la identi-

ficación del mayor número de compuestos posible independientemente de la concentración en la que se encontrasen Nykänen y Suomalainen, 1983; Schreier, 1979).

En algunos casos, sin embargo, nos puede interesar aplicar la información contenida en los cromatogramas, a cuestiones prácticas de interés enológico. Un caso de actualidad lo constituye la evolución del aroma de los vinos blancos jóvenes, cuyo carácter afrutado puede debilitarse o modificarse con el tiempo de almacenamiento.

Según resultados obtenidos en nuestro laboratorio, aplicando el análisis estadístico a los datos químicos podemos saber que compuestos del aroma de los vinos cambian con el tiempo de forma significativa. El análisis discriminante de los datos correspondientes a 33 compuestos volátiles determinados por CG en 26 vinos blancos de la variedad Airén de distintas vendimias, pone de manifiesto que las funciones lineales discriminantes permiten la clasificación correcta del 97% de los vinos por vendimias (figura 1).

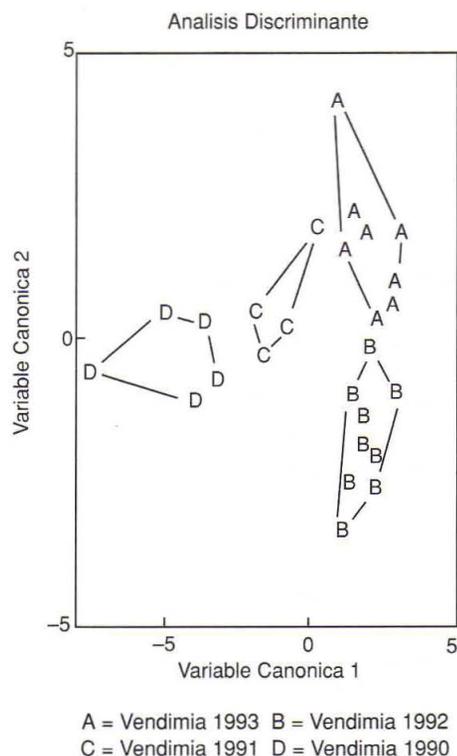


Figura 1. Representación gráfica de las muestras según los resultados del Análisis Discriminante.

Las variables discriminantes y sus valores medios para cada grupo de muestras se indican en la tabla 1.

Cuando se analizan muestras complejas o demasiado diluidas, la preparación de la muestra es un paso indispensable. En el análisis de los compuestos volátiles de los vinos por cromatografía de gases, es preciso la separación previa de los componentes no volátiles, cuantitativamente mayoritarios, bien aprovechando las diferencias de polaridad o de puntos de ebullición.

Dado que los componentes que forman la fracción volátil del vino presentan un amplio rango de polaridad, volatilidad y concentración, resulta difícil elegir un método adecuado para el análisis de todos ellos. Debemos considerar qué compuestos interesan, antes de seleccionar el método de extracción.

Tabla 1. Valores medios de las variables discriminantes para las cuatro vendimias estudiadas (mg/l).

VARIABLES	Vendimia 1993 (n=8)	Vendimia 1992 (n=9)	Vendimia 1991 (n=4)	Vendimia 1990 (n=5)
Succinato de dietilo	0,91 (0,52)	2,58 (0,60)	4,62 (2,82)	9,36 (1,85)
1-Feniletanol	0,12 (0,06)	0,01 (0,01)	0,08 (0,13)	0,01 (0,01)
Acetato de 2-feniletilo	0,76 (0,64)	0,15 (0,07)	0,16 (0,06)	0,24 (0,16)
Acetaldehído	29,97 (15,26)	45,75 (24,49)	18,44 (13,12)	38,43 (13,30)
1-hexanol	1,30 (0,53)	1,60 (0,42)	1,25 (0,44)	1,46 (0,22)

n = número de muestras
(): desviación típica

El análisis del espacio de cabeza

El análisis de los compuestos que se encuentran en el espacio de cabeza de un vino (aire en equilibrio con la muestra), es una técnica prometedora para hacernos una idea de la composición de la fracción aromática más semejante a la que entra en contacto con las fosas nasales. Aunque su relación con las concentraciones reales en la matriz del vino no es muy exacta, es previsible que se obtenga una buena correlación con los datos sensoriales.

Es una técnica sencilla en la que se reduce la manipulación de la muestra y puede ser adecuada para el análisis de los componentes más volátiles y los que se encuentran en mayor concentración, que generalmente son los producidos durante la fermentación (alcoholes, aldehídos y ésteres). Sin embargo, los compuestos más significativos desde el punto de

vista sensorial, que normalmente se encuentran en concentraciones traza y los menos volátiles, requieren métodos de extracción y concentración más eficaces.

El análisis del espacio de cabeza estático no es frecuente en los vinos, ya que el cromatograma que se obtiene es muy pobre, teniendo un aspecto muy similar al cromatograma obtenido por inyección directa del vino (Etievant y col., 1987; Antonelli y col., 1990), lo que hace innecesaria la extracción. Se ha utilizado para el análisis de mostos o zumos (Núñez y col., 1984) y de bebidas alcohólicas de alta graduación (Piggott y col., 1993).

Noble y col. (1980) consiguieron identificar 60 compuestos y cuantificar 20 de ellos con buena reproducibilidad, haciendo pasar 500 ml. del espacio de cabeza de una muestra de 135 ml. de vino a través de un polímero (Tenax) y desorbiendo los compuestos volátiles a 115 °C. Este modelo podría considerarse el precursor de los modernos sistemas de purga y trampa ("purge and trap"), que permiten realizar todo el proceso sin manipulación de la muestra y de una forma rápida y sencilla. En estos sistemas se utiliza el espacio de cabeza dinámico por arrastre: se hace pasar un gas inerte (N₂ o He) a través de un tubo poroso inmerso en la muestra, el cual arrastra los volátiles desde el medio líquido hacia el espacio de cabeza.

Los volátiles del espacio de cabeza arrastrados por el gas pueden retenerse en una precolumna (Leino y col., 1993) o en una trampa rellena con un polímero. El más frecuentemente usado en el caso del vino es el Tenax, ya que tiene poca retención para el etanol y el agua y puede realizarse una desorción térmica a una alta temperatura (300 °C), para liberar los compuestos volátiles atrapados, sin peligro de que el polímero se descomponga.

La eliminación previa del agua, se hace imprescindible en los sistemas que incorporan una trampa fría (crioenfoco) (Werkhoff y col., 1987) como etapa siguiente a la desorción térmica, porque puede quedar retenida en el Tenax. Con esto se consigue reconcentrar los compuestos volátiles desorbidos y hacerlos pasar de una forma rápida a la columna, mediante un calentamiento instantáneo de la trampa. Estas trampas, que normalmente consisten en tubos de pequeño diámetro, de vidrio, de cuarzo o de sílice fundida, pueden obstruirse si se congela el agua.

La desorción y el crioenfoco pueden realizarse en sistemas comerciales que inyectan la muestra directamente en la columna. Para el análisis de compuestos volátiles del vino se ha utilizado el ATD (Automatic Thermal Desorption) que requiere realizar el arrastre con N₂ fuera del cromatógrafo (Salinas y col., 1994) y los sistemas TCTI (Thermal desorption Cold Trap Injector) y PTI (Purge Trap Injector), que permiten colocar la muestra dentro del inyector y hacer el arrastre, la desorción y el enfriamiento "on line" con el cromatógrafo (Cadwallader y col., 1994 y García-Jares y col., 1995).

Estas técnicas necesitan una optimización de todos los parámetros del análisis para conseguir buena reproducibilidad. El tiempo y el flujo de purga deben ser optimizados para no ocasionar la saturación del polímero. La temperatura y el tiempo de desorción deben ser lo suficientemente altos como para desorber rápidamente todos los compuestos atrapados pero sin ocasionar reacciones de pirólisis. Deben hacerse ensayos en blanco antes y después del análisis de los vinos, para comprobar que el polímero no cede compuestos y que la desorción ha sido eficaz.

Separación de compuestos volátiles por retención en polímeros porosos

Los polímeros porosos han sido ampliamente utilizados para separar los compuestos volátiles del vino. Se requieren menos tiempo que en la extracción líquido-líquido, se necesita menor cantidad de disolvente y menor volumen de muestra (entre 20 y 50 ml.).

El adsorbente debe tener suficiente afinidad por los compuestos volátiles del vino para retenerlos, permitiendo realizar después la elución fraccionada de éstos, jugando con la polaridad de los disolventes.

Se han utilizando resinas de tipo Amberlita XAD-2 (Edwards y col., 1990); C-18 (Gianotti y col., 1991; Di Stéfano y col., 1991), Extrelut (Hubert y col., 1990; Gerbi y col., 1992) y Chromosorb (Gómez y col., 1995), para el análisis de alcoholes y ésteres en los vinos, realizando la elución con Cl_2CH_2 o dietil éter.

Los rendimientos obtenidos en la extracción son, en algunos casos, bajos para compuestos polares (ácidos) (Gerbi y col., 1992) y por otro lado no se evita tener que concentrar la muestra y eliminar el disolvente antes de la inyección cromatográfica.

La extracción en fase sólida ha tenido una importancia decisiva en el análisis de terpenos libres y ligados en mostos, uvas y vinos. El interés de los compuestos terpénicos radica en que son los principales causantes del aroma varietal, es decir, el que caracteriza una variedad de uva y la diferencia de otra. Aunque generalmente se encuentran en pequeñas concentraciones, su aportación al aroma del vino es determinante. En la mayoría de las variedades aromáticas son monoterpenos (nerol, linalol y geraniol) (Gunata y col., 1985) o C_{13} - norisoprenoides (TDN, vitispirano y β -damascenona) (Simpson y col., 1983; Sefton y col., 1993 y 1994).

Estos compuestos están en su mayor parte unidos a fracciones glicosídicas formando sustancias inodoras, pudiendo ser liberados mediante hidrólisis química o enzimática. Esto abre la posibilidad de incrementar el potencial aromático de los vinos utilizando enzimas hidrolíticas adecuadas durante la fermentación (Gunata y col., 1990; Abbott y col., 1991).

El método más generalizado para la separación de las diferentes fracciones terpénicas libres o ligadas es la utilización de resinas o polímeros, generalmente Amberlita XAD-2 o C-18, eluyendo la fracción libre

con un disolvente apolar (Cl_2CH_2 , pentano o éter dietílico) y la fracción ligada con uno polar (metanol, acetato de etilo) (Gunata y col., 1990; Bitteur y col., 1992).

El análisis de los terpenos ligados necesita una hidrólisis previa, que puede realizarse con preparados enzimáticos (Gómez y col., 1994) o por calentamiento de la muestra (Sefton y col., 1989; Winterhalter y col., 1991).

El aislamiento e identificación de las fracciones glicosídicas unidas a los terpenos, requiere técnicas de fraccionamiento previo al análisis por GC-MS como el DCCC (Droplet Counter - Current - Chromatography) (Waldmann y col., 1992). Los precursores de los C_{13} norisoprenoides no están muy claros aún. Se han identificado algunos de ellos que pueden liberar terpenos por hidrólisis ácida durante la conservación y envejecimiento del vino (Winterhalter y col., 1990).

Extracción y enriquecimiento en volátiles utilizando disolventes

La extracción continua líquido-líquido con disolventes orgánicos ha sido muy utilizada para obtener un eficiente enriquecimiento en compuestos volátiles. Utilizando mezclas azeotrópicas con más de un disolvente se puede ampliar el rango de polaridad de los compuestos extraídos y mejorar los rendimientos (T. Herráiz y col., 1991). Los volúmenes de muestra utilizados son grandes (250-500 ml.), los disolventes deben ser de alta pureza para evitar que se formen artefactos en la etapa de concentración y los tiempos de extracción son generalmente largos (8-12 horas). No obstante, trabajando con precaución, sobre todo en la fase de separación del disolvente, para evitar la coevaporación de los compuestos más volátiles, puede ser una técnica adecuada para el análisis cuantitativo (Nakamura y col., 1988; T. Herráiz y col., 1989 y 1990).

Esta técnica se ha utilizado con éxito para la caracterización de vinos procedentes de variedades de uva españolas, utilizando análisis discriminante (Cabezudo y col., 1986); así como para el seguimiento de compuestos volátiles durante la fermentación (M. Herráiz y col., 1990) o el envejecimiento (Rapp y col., 1993) y para el análisis de terpenos libres (Strauss y col., 1987). Es importante destacar la buena correlación encontrada entre los datos químicos, obtenidos utilizando este método de extracción y los datos sensoriales (Cabezudo y col., 1993).

También se han utilizado, aunque de forma menos generalizada, la destilación por arrastre de vapor (Vernin y col., 1993; Macaulay y col., 1993) y la destilación a presión reducida (Gómez y col., 1994 y 1995).

El SDE (Simultaneous Distillation-solvent Extraction) presenta la ventaja de utilizar menos cantidad de disolvente, lo que hace innecesario el paso de la concentración posterior de la muestra y reduce el tiempo de extracción a una hora. Sin embargo,

aunque el método va bien para mostos y zumos (Núñez y col., 1984), su empleo implica cierta dificultad para bebidas con contenido alcohólico (Blanch y col., 1991 y 1995).

Una solución alternativa es la microextracción con disolventes orgánicos. Se utilizan pequeños volúmenes de muestra (10-50 ml.) y de disolventes (100 μ l - 1 ml.) que se someten a centrifugación durante una hora. Una vez recogida la fase orgánica, puede inyectarse directamente en el cromatógrafo en "Splitless", obteniéndose buenos resultados cuantitativos para un gran número de compuestos volátiles del vino (Ferreira y col., 1993; Rapp y col., 1993).

Otros sistemas de extracción

La extracción de aromas con fluidos en estado supercrítico (SFE), que se ha aplicado a diferentes campos en la alimentación: descafeinado del café, extracción de aceites esenciales, etc. (Subirats y col., 1994), está empezando a utilizarse también en el análisis de los vinos.

Los fluidos en estado supercrítico tienen la ventaja de que se puede controlar fácilmente su densidad con pequeñas modificaciones de la presión y la temperatura, permitiendo una selección de los componentes a extraer (Hierro y col., 1991).

La aplicación de la SFE a muestras líquidas como el vino, presenta problemas adicionales: se necesita un soporte sólido para retener la muestra en la cámara de extracción (por ejemplo, lana de vidrio silanizada, Volasper A2 o papel de filtro). La muestra se puede recoger en un adsorbente y hacer posteriormente una desorción térmica en un PTV, o hacer una elución con un disolvente orgánico (Blanch y col., 1995). Los porcentajes de recuperación y los coeficientes de variación calculados para disoluciones modelo son adecuados; sin embargo, el número de picos obtenido con muestras reales de vino no es muy grande, por lo que quizás no compense su uso dada la dificultad de disponer de un sistema apropiado y el tiempo empleado en su optimización.

La utilización de los ultrasonidos como método de extracción de componentes volátiles en los vinos es una de las técnicas más nuevas. El coeficiente de absorción y la velocidad de las ondas mecánicas depende de la composición de la matriz, de la temperatura y probablemente, del volumen de muestra. Con 50 ml. de muestra y 15 ml. de diclorometano se pueden extraer unos 40 componentes volátiles de vino manteniéndolo en un baño de ultrasonidos durante 10 minutos (Cocito y col., 1995). El método parece apto para el análisis cuantitativo de mostos y vinos, los coeficientes de variación son, por lo general, inferiores al 10% y la eficacia de la extracción es mayor que usando polímeros como el C-18.

La extracción de componentes volátiles de alimentos mediante microondas se ha mostrado como una técnica rápida y eficaz (Pare y col., 1990; Roca y col., 1992). Razungles y col. (1994), han ensayado este método para el caso del vino obte-

niendo resultados comparables a los de la extracción con Amberlita XAD-2 para el caso de los terpenos, ésteres polares polifuncionales y ácidos de cadena corta, mientras que la técnica del microondas es más eficaz en la extracción de lactonas, alcoholes y ácidos de cadena larga del vino.

Por otro lado el contenido en etanol, que es un inconveniente en muchos métodos de extracción, en este caso parece favorecer el rendimiento, lo que ofrece la posibilidad de aplicarlo al análisis de bebidas de alto grado alcohólico.

EL ANÁLISIS DE LOS COMPONENTES NO VOLÁTILES DEL VINO MEDIANTE CG

Se precisa la derivatización previa para incrementar su volatilidad, así como para hacerlos térmicamente estables. Aunque generalmente se analizan por HPLC, las técnicas de CG tienen mayor poder de resolución, menores límites de detección y permiten el acoplamiento a Espectrometría de Masas.

La determinación de azúcares, polialcoholes y ácidos fijos del vino, puede hacerse de forma simultánea formando los trimetilsilil derivados, utilizando como agente derivatizante BSTFA (N,O-Bis- (trimetilsilil) trifluoroacetamida) (Gelsomini y col., 1990; Antonelli y col., 1990; Coll-Hellín y col., 1993 y Herold y col., 1995). Los azúcares son previamente transformados en oximas con hidroxilamina-HCl.

Los aminoácidos del mosto son de gran importancia para la multiplicación de las levaduras, que los utilizan durante el proceso de fermentación para sintetizar otras sustancias (alcoholes superiores). El procedimiento más usual para la determinación de aminoácidos por CG es la formación de derivados volátiles esterificando el grupo carboxilo con un alcohol y HCl y acilando los grupos α -amino con anhídrido acético o TFAA (anhídrido trifluoroacético) (Gangoiti y col., 1993; Bertrand y col., 1982; Ough y col., 1980).

Con el mismo método se pueden analizar los etilésteres de aminoácidos, formados a partir de los aminoácidos libres durante la fermentación (T. Herráiz y col., 1992 y 1993) y que parecen representar un porcentaje importante dentro de las sustancias no volátiles en el vino. Su influencia desde el punto de vista sensorial está en proceso de estudio.

SISTEMAS EMPLEADOS PARA LA INTRODUCCIÓN DE LA MUESTRA

La introducción de la muestra en el cromatógrafo es uno de los pasos críticos a la hora de conseguir exactitud y precisión en el análisis.

La inyección "on column" se ha utilizado para aumentar la eficacia en el análisis del espacio de cabeza estático, inyectando un volumen mayor de muestra y enfriando la primera parte de la columna (Shimoda y col., 1993).

Aunque la técnica más utilizada para la inyección de extractos de vino es el clásico inyector con división de flujo ("split/splitless"), los inyectores de temperatura programada (PTV) han sido ampliamente usados para el análisis de vinos gracias a su versatilidad. La posibilidad de rellenar la camisa de vidrio del inyector ("liner") con polímeros permite utilizarlo como un sistema de "purge and trap" (Tabera y col., 1991). La inyección en frío evita los problemas de discriminación producidos en las inyecciones en "split" (Eder y col., 1991). Y por último, utilizándolo en la modalidad de eliminación del disolvente ("solvent split mode") se posibilita la inyección de muestras provenientes de la extracción con disolventes orgánicos, sin necesidad de realizar la concentración de la muestra.

Se ha probado la eficacia del sistema con disoluciones modelo en Freon-11 (Villen y col., 1989; M. Herráiz y col., 1989) y con destilados de vino (Loyola y col., 1990). Los volúmenes inyectados son de 25 µl, manteniéndose el PTV a 30 °C durante la inyección y con la válvula de "split" abierta durante 30 segundos para permitir la eliminación del disolvente. Después se cierra el split y el inyector se calienta rápidamente permitiendo la desorción de los compuestos atrapados en el "liner".

El volumen inyectado, la velocidad de inyección y el tiempo de apertura del divisor de flujo, son algunos de los factores a optimizar para conseguir buenos resultados cuantitativos.

Este mismo sistema, con algunas modificaciones ha sido empleado para la inyección directa de muestras de vino sin previa extracción. La columna debe ser desconectada del inyector mientras se realiza la inyección, la temperatura del inyector es de 9 °C actuando como una trampa fría (Villen y col., 1995).

Los porcentajes de recuperación para los compuestos volátiles mayoritarios del vino inyectando 50 µl directamente, son comparables a los obtenidos con una extracción líquido-líquido y siempre mayores que si realizamos la extracción con un SDE. No hay riesgo de formación de artefactos debido a la descomposición térmica de la muestra, aunque este es un factor importante a considerar. Así como la optimización de todos los parámetros en la inyección para conseguir una buena reproducibilidad.

Los nuevos sistemas "on line" para inyección de grandes volúmenes de muestra "on column", utilizando una precolumna sin fase, pueden dar buenos resultados para el análisis de extractos de vino. Estos sistemas admiten volúmenes de hasta 100 µl y todos los parámetros de la inyección están totalmente controlados por el software (Munari y col., en prensa).

SISTEMAS EMPLEADOS EN LA DETECCIÓN

El detector más utilizado en el análisis de vinos es el de ionización de llama (FID). El detector de fotometría de llama (FPD) se utiliza para el análisis específico de compuestos con azufre (La Vigne y col., 1992;

Park y col., 1994; Anocibar-Beloqui y col., 1995). Estos compuestos (tioles, disulfuros, tioésteres...) pueden aparecer en los vinos a partir de ciertos aminoácidos azufrados, como productos del metabolismo de las levaduras, o por procesos de reducción en la botella. Suelen tener umbrales de percepción olfativa muy bajos, de forma que su presencia en el vino en pequeñas concentraciones puede producir olores desagradables (huevos podridos, cebolla, coliflor...) (Colagrande y col., 1988).

El detector de captura electrónica (ECD), se ha utilizado para el análisis de compuestos halogenados, que pueden encontrarse en el vino como contaminantes, bien por adición indebida como antifementos (acetato de bromoetilo, acetato de cloroetilo...) (Antonelli y col., 1990) o bien por cesión atribuida al corcho (Tricloroanisoles) (Sponholz y col., 1994).

La Espectrometría de Masas es actualmente utilizada como medio para confirmar la identidad de picos cromatográficos (Vernin y col., 1993) aunque el detector FID es más sensible para el análisis cuantitativo de rutina (Nakamura y col., 1988).

La detección por masas se ha utilizado en la identificación de compuestos con gran impacto sensorial, que se encuentran en el vino en pequeña concentración: las metoxipirazinas causantes del olor herbáceo de determinadas variedades de uva (Harris y col., 1987); los componentes azufrados (Rapp y col., 1985); la 2-aminocetofenona causante del olor a naptaleno de algunos vinos envejecidos (Rapp y col., 1993) o los fenoles volátiles implicados en procesos de envejecimiento (Chatonnet y col., 1988).

Para componentes traza es de gran utilidad la detección mediante SIM (Selective Ion Monitoring) con la que se aumenta la sensibilidad, al seleccionar previamente el registro de las masas de los iones más abundantes en el espectro del compuesto que nos interesa. Este tipo de detección se ha utilizado para el análisis del carbamato de etilo en vinos, un carcinógeno potencial procedente de la urea (Daudt y col., 1992; Kodama y col., 1994) y para el análisis del resveratrol, una fitoalexina de reciente descubrimiento en vinos, que es sintetizada por la vid en situaciones de estrés o de enfermedad, y que posee una acción cardioprotectora (Soleas y col., 1995; Jeandet y col., 1993).

Por último, la detección por "olfatometría" es una técnica de gran utilidad para la descripción sensorial de los compuestos que eluyen de una columna cromatográfica. El eluyente de la columna se bifurca conectando una rama a un detector FID y acoplado otra a un tubo de salida al exterior donde se mezcla el gas portador con aire puro y humedecido. Una persona situada a la salida del tubo evalúa la intensidad y características de cada uno de los compuestos que eluyen de la columna.

Los métodos olfatométricos más usuales son: el método Osme, que evalúa la intensidad y cualidad de los olores percibidos (Miranda-López y col., 1992a y 1992b) y el Charm-Análisis que se utiliza para deter-

minar los umbrales de percepción olfativa (Chisholm y col., 1994; Moio y col., 1993 y 1994; Schilich y col., 1994).

En ambos métodos las respuestas se transforman, mediante programas informáticos adecuados, en picos semejantes a los cromatográficos ("osmeogramas" o "aromagramas"), lo que permite su comparación con los resultados químicos.

Esta técnica es idónea para detectar compuestos que se encuentran en concentraciones traza y que sólo serían detectables por SIM. No se puede sustituir de momento el análisis sensorial realizado por catadores, puesto que no se evalúa el aroma percibido por vía retronasal, ni el olor global de la muestra.

BIBLIOGRAFÍA

- Abbott, N.A.; Coombe, B.G. y Williams, P.J., *Am. J. Enol. Vitic.*, 42 (3) (1991), 167-174.
- Anocibar-Beloqui, A.; Guedes de Pinho, P. y Bertrand, A., *Am. J. Enol. Vitic.*, 46 (1) (1995), 84-87.
- Antonelli, A.; Conte, L.S. y Minguzzi, A., *Vini d'Italia*, 32 (6) (1990), 7-16.
- Bertrand, A.; Medina, B. y Chevallier, J.P., *Connaiss. Vigne Vin*, 16 (1982), 111-123.
- Bitteur, S.; Tesniere, C.; Sarris, J.; Baumes, R.; Bayonove, C. y Flanzky, C., *Am. J. Enol. Vitic.*, 43 (1) (1992), 41-48.
- Blanch, G.P.; Reglero, G.; Herráiz, M. y Tabera, J., *J. Chrom. Science*, 29 (Jan. 1991), 11-15.
- Blanch, G.P.; Reglero, G. y Herráiz, M., *Food Chem.* (1996), en prensa.
- Cabezudo, M.D., Polo, M.C., Herráiz, M., Reglero, G., González-Raurich, M., Cáceres, I. y Martín-Álvarez, P.J., *The Shelf Life of Foods and Beverages, Proceedings of the 4th International Flavor Conference, Rhodes, Greece*. G. Charalambous Ed. Elsevier Science Publishers B.V. Amsterdam (1986), 186-204.
- Cabezudo, M.D. y col. *Symposium International, "Connaissance aromatique des cépages et qualité des vins"*. Montpellier, Feb. 1993.
- Cadwallader, K.R. y Xu, Y., *J. Agric. food Chem.*, 42 (1994), 782-784.
- Cocito, C.; Gaetano, G. y Delfini, C., *Food Chemistry*, 52 (1995), 311-320.
- Colagrande, O.; Mazzoleni, V. y Silva, A., *Symposium sur les odeurs et goûts anormaux des vins*. Alexandria, 25 Mars 1988, 27-38.
- Coll-Hellín, L.; Gutiérrez-Ruiz, L. y Zapata-Revilla, A., *Z-Lebens. Unter. Forsch.*, 196 (1) (1993), 49-52.
- Chatonnet, P. y Boidron, J.N., *Sci. Aliments*, 8 (1988), 479-488.
- Chisholm, M.G.; Guiher, L.A.; Vonah, T.M. y Beaumont, J.L., *Am. J. Enol. Vitic.*, 45 (2) (1994), 201-212.
- Chisholm, M.G.; Guiher, L.A. y Zaczekiewicz, S.M., *Am. J. Enol. Vitic.*, 46 (1) (1995), 56-62.
- Daudt, C.E.; Ough, C.S.; Stevens, D. y Herráiz, T., *Am. J. Enol. Vitic.*, 43 (4) (1992), 318-322.
- Di Stefano, R., *Bulletin de L'O.I.V.* (721-722) (1991), 219-223.
- Eder, K.; Reichlmayr-Lais, A.M. y Kirchgessner, M., *J. Chromatogr.*, 588 (1991), 265-272.
- Edwards, C.G. y Beelman R.B., *J. Agric. Food Chem.*, 38 (1990), 216-220.
- Etievant, P.X., *Conn. Vigne Vin*, 21 (4) (1987), 247-265.
- Ferreira, V.; Rapp, A.; Cacho, J.F.; Hastrich, H. y Yavas, I., *J. Agric. Food Chem.*, 41 (1993), 1413-1420.
- Gangoiti, J.A., *CTA*, 14 (2) (1993), 51-56.
- García-Jares, C.; García-Martín, S. y Cela-Torrijos, R., *J. Agric. Food Chem.*, 43 (1995), 764-768.
- Galsomini, N.; Capozzi, F. y Paggi, C., *J. High Resol. Chrom.*, 13 (1990), 352-355.
- Gerbi, V.; Zeppa, G. y Carnacini, A., *Ital. J. Food Sci.*, 4 (1992), 259-267.
- Gianotti, S. y Di Stefano, R., *L'Enotecnico* (Oct. 1991), 61-64.
- Gómez, E. y Martínez, A., *J. Sci. Food Agric.*, 67 (1995), 229-233.
- Gómez, E.; Laencina, J. y Martínez, A., *J. Food. Science*, 59 (2) (1994), 406-409.
- Gunata, Z.; Dugelay, I.; Sapis, J.C.; Baumes, R. y Bayonove, C., *J. Int. Sci. Vigne Vin.*, 24 (3) (1990), 133-144.
- Gunata, Z.; Bayonove, C.; Baumes, R. y Cordonnier, R., *J. Chromatogr.*, 331 (1985), 83-89.
- Harris, R.L.N.; Lacey, M.J.; Brown, W.V. y Allen, M.S., *Vitis*, 26 (1987), 201-207.
- Herold, B.; Pfeiffer, P. y Radler, F., *Am. J. Enol. Vitic.*, 46 (1) (1995), 134-137.
- Herráiz, M.; Reglero, G. y Herráiz, T., *J. High Resol. Chrom.*, 12 (1989), 442-446.
- Herráiz, M.; Reglero, G.; Herráiz, T. y Loyola, E., *J. Agric. Food Chem.*, 38 (1990), 1.540-1.543.
- Herráiz, T.; Martín-Álvarez, P.J.; Reglero, G.; Herráiz, M. y Cabezudo, M.D. *J. Sci. Food Agric.*, 49 (1989), 249-258.
- Herráiz, T.; Martín-Álvarez, P.; Reglero, G.; Herráiz, M. y Cabezudo, M.D., *Vitis*, 29 (1990), 239-249.
- Herráiz, T., Reglero, G., Martín Álvarez, P.J., Herráiz, M. y Cabezudo, M.D., *J. Sci. Food Agric.*, 55 (1991), 103-116.
- Herráiz, T. y Ough, C.S., *J. Agric. Food Chem.*, 40 (6) (1992), 1.015-1.021.
- Herráiz, T. y Ough, C.S., *Am. J. Enol. Vitic.*, 44 (1) (1993), 41-48.
- Hierro, M.T.G. y Santa-María, G., *C.T.A.*, 12 (2) (1991), 62-68.
- Hubert, C.; Bruniere, P.; Le Quere, J.M. y Drilleau, J.F., *Sci. Aliments*, 10 (1990), 603-618.
- Jeandet, P.; Bessis, R.; Maume, B. y Sbaghi, M.; *J. Wine. Res.*, 4 (1993), 79-85.

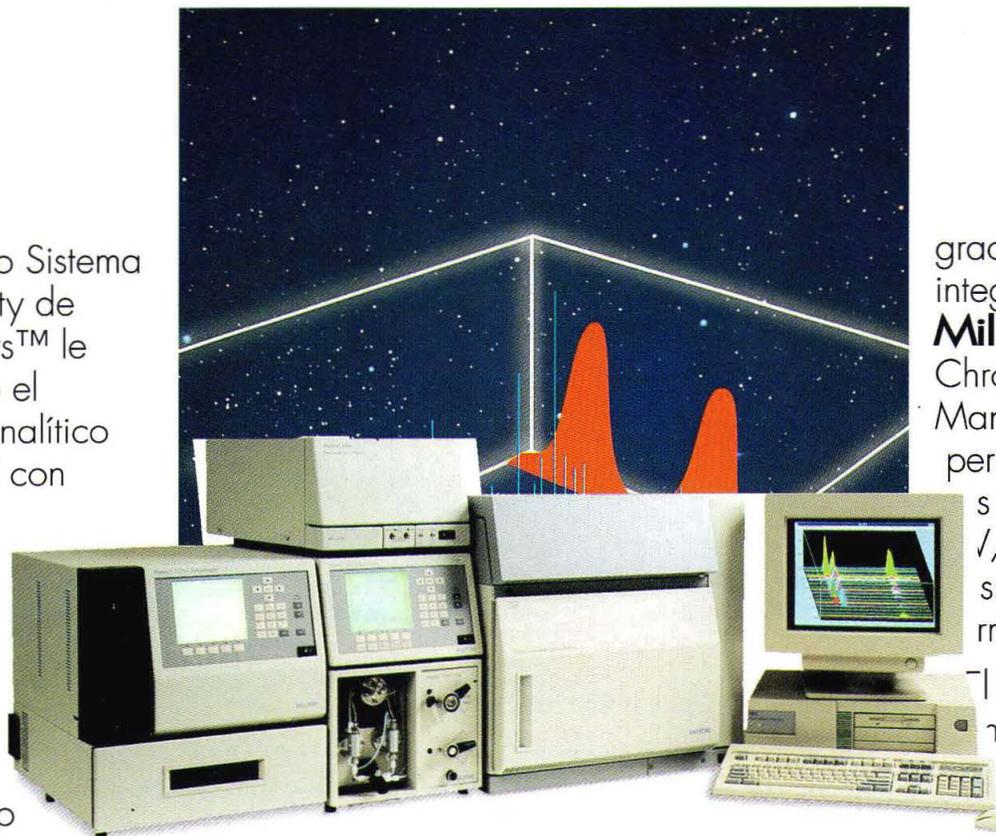
Nuevo Sistema Integrity™ de Waters.

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

No necesita usted ser un experto en MS

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

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



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

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

El nuevo Sistema Integrity de Waters le dará todos los recursos de detección que usted precisa para la identificación y confirmación de compuestos, y las herramientas

de validación imprescindibles para el cumplimiento de las GMP/GLP.

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

Barcelona: **93-325.96.16**

Madrid: **91-661.84.48**

Sevilla: **95-568.11.51**

Dé alas a su imaginación.



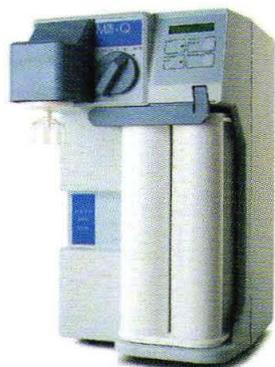
Waters



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

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

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



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

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

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

Hay un sistema Milli-Q para cada situación.

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

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

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

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

- Kodama, S.; Suzuki, T.; Fujinawa, S.; Teja, P. de la y Yotsuzuka, F., *Am. J. Enol. Vitic.*, 45 (1) (1994), 17-24.
- Lacey, M.J.; Allen, M.S.; Harris, R.L.N. y Brown, W.V., *Am. J. Enol. Vitic.*, 42 (1991), 103-108.
- La Vigne, V.; Boidron, J.N. y Dubourdieu, D., *J. Int. Sci. Vigne Vin*, 26 (2) (1992), 75-85.
- Leino, M.; Francis, I.L.; Kallio, H. y William, P.J., *Z. Lebensm. Unters.-Forsch.*, 197 (1) (1993), 29-33.
- Loyola, E.; Martín-Álvarez, P.J.; Herráiz, T.; Reglero, G. y Herráiz, M., *Z. Lebensm. Unters.-Forsch.*, 190 (1990), 501-505.
- Macaulay, L.E. y Morris, J.R., *Am. J. Enol. Vitic.*, 44 (2) (1993), 198-204.
- Miranda-López, R.; Libbey, L.M.; Watson, B.T. y McDaniel, M.R., *Am. J. Enol. Vitic.*, 43 (1) (1992), 90-92.
- Miranda-López, R.; Libbey, L.M.; Watson, B.T. y McDaniel, M.R., *J. Food Sci.*, 57 (4) (1992), 985-993.
- Moio, L.; Etievant, P. y Addeo, F., *Enotecnico*, 29 (1/2) (1993), 57-66.
- Moio, L.; Schilich, P. y Etievant, P., *Sci. Aliments*, 14 (1994), 601-608.
- Munari, F.; Colombo, P.A.; Magni, P.; Zilioli, G.; Trestianu, S. y Grob, K.J. *Microcolumn Separation (en prensa)*.
- Nakamura, S.; Crowell, E.A.; Ough, C.S. y Totsuka, A., *J. Food Sci.*, 53 (4) (1988), 1.243-1.244.
- Nykänen, L. y Suomalainen, H., "Aroma of Beer, Wine and Distilled Alcoholic Beverages". D. Reidel Publishing Company. Dordrecht (1983).
- Noble, A.C.; Flath, R.A. y Forrey, R.R., *J. Agric. Food Chem.*, 28 (1980), 346-353.
- Núñez, A.J.; Bemelmans, J.M.H. y Maarse, H., *Chromatographia*, 18 (3) (1984), 153-158.
- Ough, C.S. y Bell, A.A., *Am. J. Enol. Vitic.*, 31 (1980), 122-123.
- Pare, J.R.; Sigouin, M. y Belanger, J.M., *Mise à jour 9^e Journées Internationales, Huiles Essentielles, Digne les Bains, Août-Sep. (1990)*.
- Park, S.K.; Boulton, R.B.; Bartra, E. y Noble, A.C., *Am. J. Enol. Vitic.*, 45 (3) (1994), 341-344.
- Piggot, J.R.; Paterson, A.; Conner, J.M. y Haack, G., G. Charalambous (Ed), *Food Flavors, Ingredients and Composition (1993)*, 521-532.
- Rapp, A.; Versini, G. y Ullemeyer, H., *Vitis*, 32 (1993), 61-62.
- Rapp, A.; Güntert, M. y Almy, J., *Am. J. Enol. Vitic.*, 36 (3) (1985), 219-221.
- Razungles, A.; Tarhi, E.H.; Baumes R.; Gunata, Z.; Tapiero, C. y Bayonove, C., *Sci. Aliments*, 14 (1994), 725-739.
- Rocca, B.; Arzouyan, C. y Estienne, J., *Ann. Fals. Exp. Chim.*, 911 (1992), 347-354.
- Salinas, M.R.; Alonso, G.L. y Esteban-Infantes, F.J., *J. Agric. Food Chem.*, 42 (1994), 1.328-1.331.
- Schilich, P. y Moio, L., *Sci. Aliments*, 14 (5) (1994), 609-615.
- Schreier, P. C.R.C. *Crit. Rev. Food sci.*, 12 (59) (1979).
- Sefton, M.A.; Skouroumounis, G.K.; Massy-Westropp, R.A. y Williams, P.J., *Aust. J. Chem.*, 42 (1989), 2.071-2.084.
- Sefton, M.A.; Francis, I.L. y Williams, P.J., *Am. J. Enol. Vitic.*, 44 (4) (1993), 359-370.
- Sefton, M.A.; Francis, I.L. y Williams, P.J., *J. Food Science*, 59 (1) (1994), 142-147.
- Shimoda, M.; Shibamoto, T. y Noble, A.C., *J. Agric. Food Chem.*, 41 (1993), 1.664-1.668.
- Simpson, R.F. y Miller, G.C., *Vitis*, 22 (1983), 51-63.
- Soleas, G.J.; Goldberg, D.M.; Diamandis, E.P.; Karumanchiri, A. y NG, E., *Am. J. Enol. Vitic.*, 46 (3) (1995), 346-352.
- Sponholz, W.R. y Muno, H., *Industrie delle Bevande*, 23 (130) (1994), 133-138.
- Sponholz, W.R. y Dittrich, H.H., *Vitis*, 24 (1985), 97-105.
- Strauss, C.R.; Wilson, B.; Anderson, R. y Williams, P.J. *Enol. Vitic.*, 38 (1) (1987), 23-27.
- Subirats, S.; Millán, L.F. y Blasco, M., *Alim. Eq. Tecnol.*, Nov. (1994), 61-67.
- Tabera, J.; Reglero, G.; Herráiz, M. y Blanch, G.P., *J. High Resol. Chrom.*, 14 (June 1991), 392-396.
- Vernin, G.; Psacal-Moussellard, H.; Metzger, J. y Parkanyi, C., G. Charalambous (Ed) *Shelf Life Studies of Foods and Beverages. Chemical, Biological, Physical Nutritional Aspects. (1993)*, 945-974.
- Villén, J.; Señoráns, F.J.; Reglero, G. y Herráiz M., *J. Agric. Food Chem.*, 43 (1995), 717-722.
- Villén, J.; Herráiz, T.; Reglero, G. y Herráiz, M., *J. High Resol. Chrom.*, 12 (1989), 633-635.
- Waldmann, D. y Winterhalter, P., *Vitis*, 31 (1992), 169-174.
- Werkhoff, P. y Breetschneider, W., *J. Chromatogr.*, 405 (1987), 87-89.
- Winterhalter, P.; Sefton, M.A. y Williams, P.J., *Am. J. Enol. Vitic.*, 41 (4) (1990), 277-283.
- Winterhalter, P., *J. Agric. Food Chem.*, 39 (1991), 1.825-1.829.

* * *

Información bibliográfica

TRABAJOS DE LA REUNIÓN DE 1994 PUBLICADOS EN EL *JOURNAL OF CHROMATOGRAPHY* Volumen 719, nº 1 (1996)

"Importance of stereospecific bioanalytical monitoring in drug development",
por J. Caldwell.

"Model describing the effect on retention of the addition of alcohols to the mobile phase in micellar liquid chromatography",
por O. Jiménez, M.A. García and M.L. Marina.

"Solvatochromic parameter values and pH in aqueous-organic mixtures used in liquid chromatography. Prediction of retention of a series of quinolones",
por J. Barbosa, R. Berges and V. Sanz-Nebot.

"Use of topological descriptors in chromatographic chiral separations",
por J.V. de Julián-Ortiz, R. García-Domenech, J. Gálvez Álvarez, R. Soler Roca, F.J. García-March and G.M. Antón-Fos.

"Prediction of the chromatographic properties of a group of natural phenolic derivatives by molecular topology",
por F.J. García-March, G.M. Antón-Fos, F. Pérez-Giménez, M.T. Salabert-Salvador, R.A. Cercós del Pozo and J.V. de Julián-Ortiz.

"Purge-and-trap method for the determination of styrene in urine",
por J.F. Periago, C. Prado and A. Luna.

"Automated solid-phase extraction coupled, to gas chromatography with electron-capture detection: A combination of extraction and clean-up of pyrethroids in the analysis of surface water",
por G.R. van der Hoff, F. Pelusio, U.A. Th Brinkman, R.A. Baumann and P. van Zoonen.

"Optimization of a solid-phase extraction technique for the extraction of pesticides from soil samples",
por M.J. Redondo, M.J. Ruiz, R. Boluda and G. Font.

"Application of experimental design approach to the optimization of supercritical fluid extraction of polychlorinated biphenyls and polycyclic aromatic hydrocarbons",
por I. Fernández, J. Dachs and J.M. Bayona.

"Sorbent evaluation for diffusive monitoring of environmental contaminants",
por C. Prado, J.F. Periago and A. Sepúlveda-Escrivano.

"Matrix solid-phase dispersion extraction procedure for multiresidue pesticide analysis in oranges",
por C.M. Torres, Y. Pico, M.J. Redondo and J. Manes.

"Determination of phenolic compounds at low microgram/l levels by various solid-phase extractions followed by liquid chromatography and diode-array detection",
por E. Pocurull, M. Calull, R.M. Marce and F. Borrull.

"Determination of dinitroaniline herbicides in environmental samples by gas chromatography",
por A.I. García-Valcárcel, C. Sánchez-Brunete, L. Martínez and J.L. Tadeo.

"Extraction and clean-up methods for improvement of the chromatographic determination of polychlorinated biphenyls in sewage sludge-amended soils: elimination of lipids and sulphur",
por I. Folch, M.T. Vaquero, L. Comellas and F. Broto-Puig.

"Pyrolysis-gas chromatography applied to the study of organic matter evolution in sewage sludge-amended soils using nitrogenphosphorus, flame ionization and mass spectrometric detection",
por M.E. Barrio, J.LI. Lliberia, L. Comellas and F. Broto-Puig.

"Determination of DDT and related compounds in blood samples from agricultural workers",
por X. Guardino, C. Serra, J. Obiols, M.G. Rosell, M.J. Berenguer, F. López and J. Brosa.

"Spectroscopic characterization by photodiode array detection of human urinary and amniotic protein HC subpopulations fractionated by anion-exchange and size-exclusion high-performance liquid chromatography",
por M. Calero, J. Escribano, F. Soriano, A. Grubb, K. Brew and E. Méndez.

"Effect of polyamines on the separation of ovalbumin glycoforms by capillary electrophoresis",
por M.E. Legaz and MM. Pedrosa.

"Amino acid and amino sugar determination by derivatization with 6-aminoquinolyl-N-hydroxysuccinimidyl carbamate followed by high-performance liquid chromatography and fluorescence detection",
por J. Díaz, J.LI. Lliberia, L. Comellas and F. Broto-Puig.

"Chromatographic evaluation of some selected polycyclic aromatic hydrocarbons of coal tars produced under different coking conditions and pitches derived from them",
por A. Domínguez, R. Álvarez, C.G. Blanco and M.A. Díez.

"Isocratic high-performance liquid chromatography method for quantitative determination of lysine, histidine and tyrosine in foods",
por M.A. Sanz, G. Castillo and A. Hernández.

"Isolation by solid-phase extraction and liquid chromatographic determination of mutagenic amines in beef extracts",
por M.T. Galcerán, P. Pais and L. Puignou.

"Improved method for the analysis of alpha-galactosides in pea seeds by capillary zone electrophoresis. Comparison with high-performance liquid chromatography-triple-pulsed amperometric detection",
por J. Frías, K.R. Price, G.R. Fenwick, C.L. Hedley, H. Soerensen and C. Vidal-Valverde.

"Gas chromatographic determination of cholesterol and tocopherols in edible oils and fats with automatic removal of interfering triglycerides",
por E. Ballesteros, M. Gallego and M. Valcárcel.

"Identification of fatty acids in edible plants by gas chromatography",
por J.L. Guil, M.E. Torija, J.J. Giménez and I. Rodríguez.

"Variation in the alkaloid content of different subspecies of *Chamaecytisus proliferus* from the Canary Islands",
por M. Muzquiz, L.M. Robredo, C. Burbano, C. Cuadrado, G. Ayet and P. Méndez.

"Determination of ipriflavone and its synthetic impurities by high-performance liquid chromatography using diode-array detection",
por K. Sustacha, M. Chacón, M.L. Lucero and A. Orjales.

"Detection of non-steroidal anti-inflammatory drugs in equine plasma and urine by gas chromatography-mass spectrometry",
por G. González, R. Ventura, A.K. Smith, R. de la Torre and J. Segura.

* * *

RESEÑA DE LIBROS

Environmental Analysis. Techniques, applications and quality assurance.

Editado por D. Barceló, publicado por la editorial Elsevier Science en la serie de "Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry", volumen 13, 1993, ISBN 0-444-89648-1.

El libro consta de 17 capítulos agrupados en cuatro secciones que cubren diversos aspectos fundamentales del análisis de contaminantes orgánicos en muestras medioambientales: revisión de las metodologías empleadas en el análisis de contaminantes orgánicos y su aplicación a muestras fundamentales, diversos aspectos relacionados con la mejora de la calidad en el análisis y validación de metodologías analíticas, así como los últimos avances en el desarrollo de la instrumentación analítica enfocados al análisis químico ambiental.

La primera sección consta de tres capítulos, dedicados a las técnicas de muestreo y preparación de muestras de aire, agua, sedimentos y material biológico. La toma de muestras es uno de los pasos críticos en el análisis medioambiental, principalmente en el caso de aire. Dentro de este epígrafe, se describen las diversas estrategias de transferencia de los analitos de interés al sistema de captación sin que se produzcan transformaciones indeseables (muestreo con/sin succión y/o deposición, en modo continuo y discontinuo). Para muestras de agua se describen de manera exhaustiva los diversos protocolos utilizados en la preconcentración, extracción y purificación, así como los sistemas de introducción de muestra en cromatografía de gases para el análisis de contaminantes orgánicos en aguas. En el capítulo dedicado a los sedimentos y material biológico se lleva a cabo una descripción detallada del problema que presentan los lípidos en el análisis de contaminantes liposolubles y las alternativas para eliminarlos sin ocasionar transformaciones ni pérdidas de los analitos.

La segunda sección está dedicada a la aplicación de técnicas analíticas en la caracterización de contaminantes orgánicos prioritarios. En el capítulo 4 se incluyen los recientes avances producidos en los diversos pasos de la metodología utilizada en la determinación de congéneres de PCBs (extracción, purificación y examen cromatográfico de los extractos). Se describen los diferentes adsorbentes cromatográficos utilizados en la eliminación de interferencias comunes y no comunes, así como la separación final de los PCBs de otros compuestos de interés, muy similares a ellos, como las policloro dibenzo-p-dioxinas y los policlorodibenzofuranos. Por otra parte, se lleva a cabo una revisión bibliográfica, que sin ser exhaustiva puede resultar muy útil, de las diferentes opciones utilizadas en la separación cromatográfica de congéneres de PCBs que presentan problemas de coelución, así como un repaso a las diversas metodologías utilizadas en la eliminación de lípidos en mues-

tras reales. En el capítulo 5 se recogen las listas de los pesticidas prioritarios a escala nacional, de los países del mar Mediterráneo y de Europa, así como una revisión de los métodos oficiales (EPA y SCA) en el análisis de pesticidas en aguas por cromatografía de gases. En el capítulo 6 se discuten las aplicaciones del acoplamiento *on-line* de diversas técnicas cromatográficas (GC-LC, LC-LC y LC-GC) en el análisis de contaminantes orgánicos en general y pesticidas polares en particular. En los capítulos 7 y 8 se discuten las posibilidades de la cromatografía de líquidos en la determinación de fenoles y sus derivados en muestra de agua, micotoxinas y ficotoxinas. El último capítulo de esta sección está dedicado a la determinación de radioisótopos en muestras medioambientales utilizando técnicas espectrométricas, de centelleo líquido y radioquímicas, dedicando un apartado a la preparación de muestras.

La tercera sección de este libro consta de tres capítulos y aborda aspectos fundamentales del control de calidad en el análisis de contaminantes orgánicos. Por una parte se explican con detalle las buenas prácticas de laboratorio para conseguir un buen control en las diversas etapas de las que consta un análisis. Por otra, se proporciona información sobre la validación de métodos de análisis, estudios comparativos entre laboratorio y cómo llegar a ser un laboratorio cualificado en el análisis de trazas de contaminantes orgánicos en matrices medioambientales. En el último capítulo de esta sección se explican los objetivos de la utilización de patrones y matrices de material de referencia. Se recogen en forma de tablas los patrones de material de referencia (SRMS) para contaminantes orgánicos desarrollados por el "National of Standards and Technology" (NIST), así como de los diversos métodos de análisis utilizados en la certificación del material de referencia (patrones y matrices reales).

La última sección del libro está dedicada a las nuevas técnicas aplicadas al campo del análisis medioambiental. Así, se explican los fundamentos teóricos de las técnicas de espectroscopía de fluorescencia y sus aplicaciones en el análisis de hidrocarburos policíclicos aromáticos y sus metabolitos en sedimentos y biota. La caracterización de surfactantes en agua utilizando métodos de desorción-ionización en la cámara de ionización de un espectrómetro de masas se describe en el capítulo 13. Se discuten las técnicas de bombardeo de átomos rápido (FAB) y desorción de campo (FD) en el caso de surfactantes iónicos, no iónicos y anfóteros, comparando los resultados obtenidos con métodos tradicionales. Entre las diversas aplicaciones figuran la de numerosos efluentes industriales. La determinación de pesticidas polares utilizando acoplamiento LC-MS, recogidas en el capítulo 14, suministra información sobre las diversas clases de interfases desarrolladas en los últimos años y se discuten diversos ejemplos que ponen de manifiesto la utilidad de cada uno de estas interfases en los diversos grupos de pesticidas polares. En el capí-

tulo 16 se describen diversos acoplamientos de técnicas aplicadas a la determinación de especies organometálicas en general y de especies de Hg, Pb y Sn en particular. Se discuten varios sistemas en los que intervienen las dos técnicas más utilizadas, la cromatografía y la espectroscopía atómica. Se adjunta una revisión bibliográfica de las diversas aplicaciones de este tipo de acoplamientos.

Por último, el capítulo dedicado al potencial de la electroforesis capilar en el análisis medioambiental resulta muy útil e interesante por ser una de las pocas revisiones que existen en la bibliografía sobre el tema. En él se da una visión general de las aplicaciones de las diferentes técnicas de electroforesis capilar en el campo del medio ambiente. Además de explicar el fundamento teórico de las mismas, proporciona información sobre los métodos de preconcentración para el enriquecimiento de trazas. Entre los diferentes ejemplos de aplicación figuran algunos muy interesantes, como los de separaciones quirales.

María José González Carlos

Advances in Chromatography, volumen 36.
Marcel Dekker Inc, N. York (1996).

El primer capítulo, "Use of multivariate mathematical methods for the evaluation of retention data matrices", por T. Cserhati y E. Forgacs, describe métodos de análisis multivariante aplicados a GC, HPLC y TLC.

En el segundo, "Separation of fullerenes by liquid chromatography: molecular recognition mechanism in LC separation", K. Jinno y Y. Saito estudian el comportamiento de diferentes fases comerciales (tipo ODS y otras) con el fin de adquirir la base suficiente para el diseño de nuevas fases estacionarias; el tercer capítulo, "Emerging technologies for sequencing antisense oligonucleotides: capillary electrophoresis and mass spectrometry", por A.S. Cohen, D.L. Smisek y B.H. Wang, se centra en el estudio de técnicas tales como CE y MS (FAB, electrospray, MALDI...). El cuarto, "Capillary electrophoretic analysis of glycoproteins and glycoprotein-derived oligosaccharides" se debe a R.P. Oda, B.J. Madden y J.P. Landers. En el quinto, "Analysis of drugs of abuse in biological fluids by LC", S.R. Binder describe las separaciones por LC de anfetaminas, opiáceos, benzodiazepinas, cocaína, diuréticos, cannabinoides y mezclas. El sexto, "Electrochemical detection of biomolecules in LC and CE", por J.G. Chen, S.J. Woltman y S.G. Weber, tras una breve introducción que describe a un nivel muy sencillo el proceso electroquímico y los correspondientes detectores, da

cuenta de sus aplicaciones a compuestos fenólicos, aminas, carbohidratos, aminoácidos y péptidos, tioles y disulfuros, ácido ascórbico y otras sustancias. El capítulo séptimo, "The development and application of coupled HPLC-NMR spectroscopy", por J.C. Lindon, J.K. Nicholson e I.D. Wilson, resume brevemente la teoría de la resonancia magnética nuclear, muestra varios esquemas de acoplamientos con LC, aborda distintos aspectos instrumentales y termina con las aplicaciones de este acoplamiento al análisis de metabolitos, fármacos, productos naturales, pépti-

dos y otros. El octavo lleva por título "Microdialysis sampling for pharmacological studies: HPLC and CE analysis" y son sus autores S.M. Lunte y C.E. Lunte.

COMITÉS EDITORIALES

Emilio Gelpí, actual presidente del GCTA, ha sido nombrado miembro del comité editorial del *Journal of Chromatography B: Biomedical Applications*.

Noticias del GCTA

PRÓXIMA REUNIÓN

Tendrá lugar en Barcelona, del 22 al 25 del próximo mes de octubre, formando parte de las VIII Jornadas de Análisis Instrumental. Estas, a su vez tendrán lugar en su marco tradicional, Expoquimia, que dispondrá de una sección dedicada a Expoanalítica + Biociencia, donde se presentarán las novedades en química analítica instrumental y las modernas metodologías de ensayo utilizadas en bioquímica.

SOBRE LAS PRÓXIMAS JAI

Se celebrarán en Barcelona y constituirán una excelente ocasión para discutir e intercambiar información y experiencias, desde un punto de vista interdisciplinar, sobre el desarrollo de los avances metodológicos que contribuyen a la química analítica moderna y sus aplicaciones a la resolución de los problemas que actualmente plantean la ciencia y la tecnología.

Organizan las jornadas las siguientes sociedades y grupos especializados:

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

Association of Environmental Sciences and Techniques.

Grupo de Electroquímica (R.S.E.Q.).

Grupo Español de Espectroscopía:

- Comité Español de Espectroscopía (S.E.D.O.)
- Grupo Espectroquímico (R.S.E.Q. y R.S.E.F.).

Las jornadas constarán de conferencias plenarios, para las que el comité científico invitará a destacados especialistas internacionales, presentaciones orales, comunicaciones en forma de cartel y sesiones monográficas de discusión.

Metodologías y temas

Las jornadas pretenden recoger las contribuciones al desarrollo de las ciencias de la separación, el reconocimiento atómico y molecular y otras relacionadas

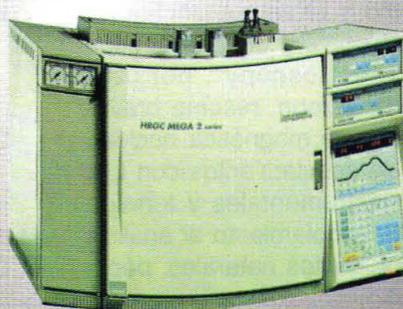
con la moderna química analítica, así como sus aplicaciones en las diversas especialidades de la ciencia y la tecnología.

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. Electroquímica y electroanálisis.
 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).

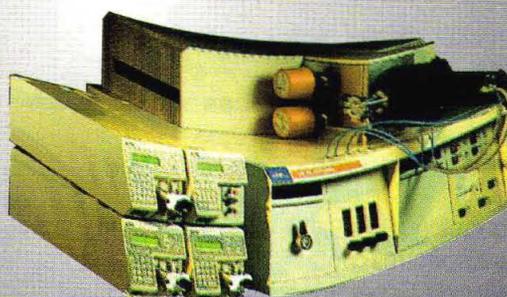
NOVEDADES

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



HRGC Mega 2

FISO

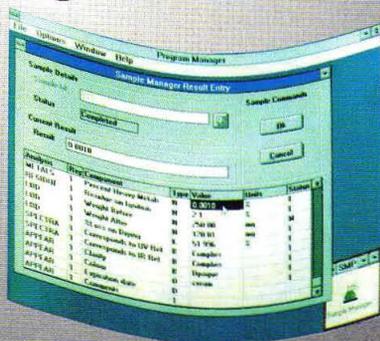


LC/MS Platform

NS
Instruments



GC/MS MD 800



VG LIMS

MADRID

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

BARCELONA

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

BILBAO

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

SEVILLA

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

FISONS
Instruments

Presentación

Los autores interesados en presentar comunicaciones deberán enviar un resumen que no exceda de una página A4, mecanografiada a 1,5 espacios, en el que se hará constar:

1. El título del trabajo, en caracteres algo mayores que el resto del escrito y en negrita.
2. Nombre de los autores, subrayando el del encargado de su presentación, caso de ser seleccionada la comunicación para su exposición oral.
3. Centro o centros de investigación en los que se ha realizado el trabajo.
4. Resumen del contenido. Puede incluirse alguna figura y bibliografía.

La presentación deberá ser adecuada para su reproducción directa en el libro de resúmenes. Para facilitar la labor de impresión, el resumen deberá acompañarse de un disquete conteniendo el texto, escrito en WordPerfect, WinWord o AmiPro (para PC), en cuya etiqueta se hará constar.

1. Sociedad o grupo organizador al que se adecúa mejor el tema del trabajo.
2. Metodología (campo), de entre los que se indican en el apartado anterior, que predomina en el desarrollo del trabajo (indicar sólo el número de la lista).
3. Tema, de entre los que figuran en el apartado anterior, en el que mejor encajan los objetivos de la comunicación (indicar sólo la letra correspondiente en la lista).

Los resúmenes deberán recibirse antes del 15 de junio de 1996, en la siguiente dirección:

VIII Jornadas de Análisis Instrumental (JAI)
Expoquimia
Avda. Reina María Cristina, palacio 1
08004 Barcelona.

Programa definitivo

El comité científico, a la vista de las comunicaciones recibidas, elaborará el programa definitivo antes del 30 de junio de 1996.

Publicación de los trabajos

Está previsto publicar los trabajos presentados en números especiales del *Journal of Chromatography* o en *Química Analítica*. Los autores interesados deberán presentar los manuscritos, de acuerdo con las normas de publicación de la revista elegida, en el transcurso de las JAI.

Premios

Se concederán los siguientes premios:

- 1.-"Antonio Hidalgo" a la mejor contribución en análisis instrumental.
- 2.-Premios de la SEQA para investigadores noveles e investigación en metodología analítica.
- 3.-GCTA al mejor trabajo en técnicos de separación.
- 4.-AEST al mejor trabajo en el campo del medio ambiente.
- 5.-Del Grupo Electroquímico al mejor trabajo en el campo electroquímico.
- 6.-"Journal Mass Spectrometry" al mejor trabajo en espectrometría de masas.

ASAMBLEA ANUAL DEL GCTA

En el transcurso de las JAI se celebrará la asamblea anual del GCTA; además, con motivo de la XXV Reunión Científica, se preparan diversos actos para celebrar este acontecimiento.

* * *

Informaciones

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

8th Symposium on Handling of Environmental and Biological Samples in Chromatography y XXVI Reunión 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 desarrollo 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.

* * *

IV Simposio Internacional de Metodología Analítica en el campo del medio ambiente

Tendrá lugar en Vizcaya, del 27 al 29 de marzo de 1996. Está organizado por la Association of Environmental Sciences and Techniques, la Sociedad Española de Química Analítica, la Universidad del País Vasco, la Fundación Mapfre y Perkin-Elmer Hispania, S.A.; cuenta con el patrocinio de la Viceconsejería de Medio Ambiente del Gobierno Vasco, del Ministerio de Obras Públicas y de la empresa Onoan, S. Coop. (MCC). El simposio constará de conferencias orales, por invitación y de carteles. Los resúmenes (máximo tres páginas) podrán enviarse hasta el 10 de marzo.

En el comité científico figuran Damià Barceló (CID-CSIC) y Francesc Farré (Perkin-Elmer Hispania, S.A.), ambos miembros del GCTA.

Para ampliar información, escribir a:

Dr. Francesc Farré
Perkin-Elmer Hispania, S.A.
General Vives, 25-27
08017 Barcelona
Fax: (9)3- 212 60 01

o bien a:

Prof. Víctor Cerdà
Dpto. de Química
Universitat de les Illes Balears
07071 Palma de Mallorca
Fax: (9)71 17 34 26

* * *

1st European Pesticide Residue Workshop (EPRW'96)

Tendrá lugar en Alkmaar (Holanda), del 10 al 12 de junio de 1996, y será la primera de una serie de reuniones bienales en distintos países europeos.

El simposio se dedica a los alimentos y bebidas; el programa científico constará de conferencias plenas, presentaciones orales y carteles, sobre los siguientes temas:

- 1.-Avances en la separación y métodos de detección.
- 2.-Métodos de muestreo.
- 3.-Métodos de preparación de muestras.
- 4.-Métodos multirresiduales y monorresiduales selectivos.
- 5.-MS en el análisis rutinario de pesticidas.
- 6.-Métodos analíticos para nuevos pesticidas.
- 7.-Garantía de calidad en el análisis de residuos de pesticidas.
- 8.-Solicitudes e informes del Programa SMT.
- 9.-Programas nacionales de control.
- 10.-Legislación.
- 11.-Seguimiento de exposición y riesgo.
- 12.-Análisis de riesgos y puntos de control críticos en la industria alimentaria.

Para más información, se puede escribir a:

A. de Kok.
Inspectorate for Health Protection.
Food Inspection Service.
Pesticide Analysis Department.
P.O. Box 9376
1800 GJ Alkmaar (Holanda).
Fax: -31-72 562 5324

o bien contactar con:

Prof. D. Antonio Valverde
Facultad de Ciencias Experimentales
Universidad de Almería
La Cañada de San Urbano
04120 Almería
Tel.: (9)50 21 53 09
Fax: (9)50 21 50 70

* * *

8th International Symposium on Chiral discrimination

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

- Aspectos fundamentales del reconocimiento molecular.
- Nuevos desarrollos en síntesis asimétrica.
- Catálisis estereoselectiva.
- Métodos enzimáticos.
- Sistemas quiroópticos.

- Avances en separaciones de enantiómeros por GC, LC, CE y SFC.
- Farmacocinética y farmacodinamia quirales.
- Aspectos ambientales que impliquen estereoquímica.
- Aspectos quirales en alimentos y bebidas.
- Aspectos estereoquímicos en geoquímica.

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

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

* * *

7th International Symposium on supercritical fluid chromatography and extraction

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

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

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

Toda la correspondencia debe dirigirse a:

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

* * *

18th International Symposium on capillary chromatography

Tendrá lugar en Riva del Garda (Italia) del 20 al 24 de mayo de 1996. El programa científico incluirá los últimos avances en técnica tales como: GC capilar; sus acoplamientos con MS, FTIR y AES; micro-HPLC; SFC; electroforesis capilar zonal (CZE); MEKC, y sus aplicaciones a: análisis ambiental, petroquímica, alimentos y bebidas, bioseparaciones, productos químicos, aromas, drogas, proteínas y péptidos, etc.

Constará de trabajos de revisión, comunicaciones orales breves, carteles, sesiones de discusión, seminarios y exposición.

Para más información, escribir a:

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

* * *

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

Tendrá lugar en San Francisco, del 16 al 21 de junio de 1996. El simposio ha ampliado su temática para incluir técnicas afines tales como electroforesis capilar y acoplamiento con MS. Constará de conferencias plenarias y sesiones paralelas de comunicaciones orales, sesiones de carteles y discusiones. Simultáneamente tendrá lugar una exposición comercial.

Para más información, escribir a:

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

También es posible conseguir información puesta al día a través de Internet:

[HTTP//WWW.HPL.HP.COM/HPLC96](http://WWW.HPL.HP.COM/HPLC96).

* * *

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

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

Constará de conferencias plenarias, comunicaciones orales, sesiones de carteles, seminarios y sesiones de aprendizaje.

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

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

Para obtener más detalles, escribir a:

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

III Reunión de Espectrometría de Masas

El grupo local de Espectrometría de Masas de Barcelona (GCTA) ha organizado el pasado día 14 de julio su tercera reunión de espectrometría de masas, que tuvo lugar en el CID-CSIC, con el patrocinio de Fisons Instruments y del GCTA.

El programa se reproduce a continuación:

S. Gaskell. Michael Barber Center for MS, UMIST, Manchester, UK. *Mass spectrometric characterisation of modified peptides and proteins.*

J. Abian, L. Montanarella, A.F. Legoc y S. Fachetti. Environment Institute, CEE JRC, Ispra, Italia. *Electroforesis capilar-ESP-MS en un instrumento sector.*

C. Molina, M. Honing y D. Barceló. CID-CSIC, Barcelona. *Caracterización de pesticidas mediante LC-MS con ESP de elevado flujo.*

E. Moyano, M.T. Galcerán, E. Rozman. Dept. Química Analítica, UB y Ferrer Internacional. *Algunas aportaciones a la aplicación de ESP y APcl en el análisis de compuestos polares de bajo peso molecular.*

C. Celma. Lasa, S. Feliu de Llobregat, Barcelona. *Análisis de fármacos peptídicos en plasma mediante LC-MS.*

B. van Baar. Faculty of Chemistry, VU, Amsterdam, NL. *Ion evaporation of small molecules in TSP and ESP LC-MS.*

C. Rafols y D. Barceló. CID-CSIC, Barcelona. *Caracterización de colorantes mediante LC-MS (TSP, APcl, ESP).*

K. Schneider, D. Canosa, J. Abian y E. Gelpí. CID-CSIC, Barcelona. *LC-ESI-MS for the determination of endothelins in supernatants of cultured human umbilical vein endothelial cells.*

J. Orduna. Facultad de Ciencias, Universidad de Zaragoza. *Algunas aplicaciones de MS en la química de materiales moleculares.*

X. de la Torre. IMIM, Barcelona. *Detección de esteroides de testosterona en plasma humano mediante GC/MS y GC/MS/MS.*

3rd International Symposium on Applied Mass Spectrometry in the Health Sciences and 3rd European Tandem Mass Spectrometry Conference, Barcelona, 9-13 de julio de 1995

Se reproduce a continuación la traducción del editorial para el volumen especial que John Wiley ha editado para esta reunión.

Una parte de las contribuciones científicas presentadas en esta reunión internacional se ha recogido en un volumen combinado especial del *Journal of Mass Spectrometry/Rapid Communications in Mass Spectrometry*. Estos dos eventos se combinaron en una reunión conjunta en Barcelona el pasado mes de julio y el volumen especial producido por la editorial John Wiley integra todos los manuscritos finalmente aceptados para publicación de entre los sometidos por los participantes. De hecho la palabra "integración" bien podría convertirse en la palabra clave de este certamen. Como muchos ya sabrán el *Journal of Mass Spectrometry (JMS)* se empezó a publicar en enero de 1995 como culminación de un proceso de integración del *Organic Mass Spectrometry (OMS)* y de *Biological Mass Spectrometry (BMS)*. La reunión de Barcelona también representó un intento exitoso de *integración* de dos reuniones diferentes bajo un programa unificado, lo cual ha quedado bien representado en la fusión de JMS y RCM en un único volumen *integrado* de Proceedings. En este sentido hay que agradecer la colaboración de los editores-jefe de ambas revistas científicas, los profesores J. Beynon y R. Caprioli.

La reunión de Barcelona fusionó la tercera reunión de cada uno de estas dos reuniones de espectrometría de masas. El Symposium on Mass Spectrometry in the Health Sciences lo inicié yo mismo en 1987 con la intención de atraer la atención en España hacia el gran potencial de las modernas técnicas de esta especialidad analítica y sus aplicaciones en investigación biomédica. Mi preocupación era que esta área en particular siempre había sido ignorada en relación a otras técnicas analíticas. El éxito de aquella primera reunión me indujo a organizar la segunda en 1990, también en Barcelona. Por otra parte, la serie de reuniones de Tandem Mass Spectrometry fue iniciada en 1980 en Manchester por el malogrado M. Barber. Esa reunión fue seguida en 1992 por una segunda organizada en Warwick por el profesor P. Derrick. El interés posterior por llevar la European Tandem Mass Spectrometry Conference fuera del Reino Unido junto con el hecho que, de acuerdo con las muchas solicitudes recibidas, era conveniente organizar un tercer simposio en Barcelona fueron el detonante de la idea de fundir estas dos series de reuniones en un único evento bajo un programa científico y social unificados. Esto se consiguió sin perder las identidades individuales de las dos reuniones y en consecuencia en el símbolo de la reunión se incluyeron las típicas torres de la Sagrada Familia de Gaudí, una indiscutible característica de la ciudad de Barcelona, cruza-

das por la figura de los dos ciclistas sobre un tándem.

La reunión se celebró en Barcelona el mes de julio de 1995 y en esta ocasión me vi asistido en la organización por mis dos copresidentes, los profesores P. Derrick y S. Gaskell así como por un soberbio grupo de colegas integrados en los comités científico y organizador. Barcelona, una de las ciudades más dinámicas y turísticas de Europa demostró ser una buena elección. El número de asistentes llegó a los 342 quienes presentaron 235 comunicaciones científicas de las que 17 de ellas se presentaron como aportaciones de última hora (Stop Press). Con el objetivo de que los resúmenes de las comunicaciones representasen lo más fielmente posible el contenido final de los trabajos presentados como carteles o comunicaciones orales, los resúmenes se aceptaron hasta el 15 de abril y las comunicaciones de última hora hasta el 15 de junio, con sólo tres semanas para la apertura de la reunión. Incluso así conseguimos incorporar todos los resúmenes el correspondiente Program and Abstract Book. Se presentaron tres conferencias plenarias por F.W. McLafferty, T.A. Baillie y P. Roepstorff las cuales fueron complementadas por 20 presentaciones orales a cargo de ponentes invitados que se distribuyeron en cinco sesiones orales sobre Ion Trapping, Biomedical MS, Tandem MS y Time of Flight. Al igual que en las dos anteriores reuniones de Barcelona, los carteles se exhibieron ininterrumpida-

mente desde el primer día al último inclusive y todos los participantes montaron su correspondiente cartel, incluyendo también las comunicaciones presentadas oralmente. El programa resultó lo suficientemente relajado como para permitir tiempo para una adecuada interacción personal entre los participantes y por lo que yo pude percibir en el ambiente, la reunión resultó un éxito. Otra de las características diferenciadoras de esta reunión fue su amplia exposición comercial que atrajo a 14 empresas de esta especialidad las cuales ocuparon una superficie de más de 300 metros cuadrados de espacio.

La relación de personas a quienes debo agradecer el éxito de la reunión de Barcelona es numerosa tal como mencioné en el acto de clausura. Sin embargo, por encima de cualquier consideración debo resaltar que el éxito se debe a los participantes que con sus interesantes contribuciones hicieron de la reunión un éxito de la misma forma que lo han hecho con el volumen especial.

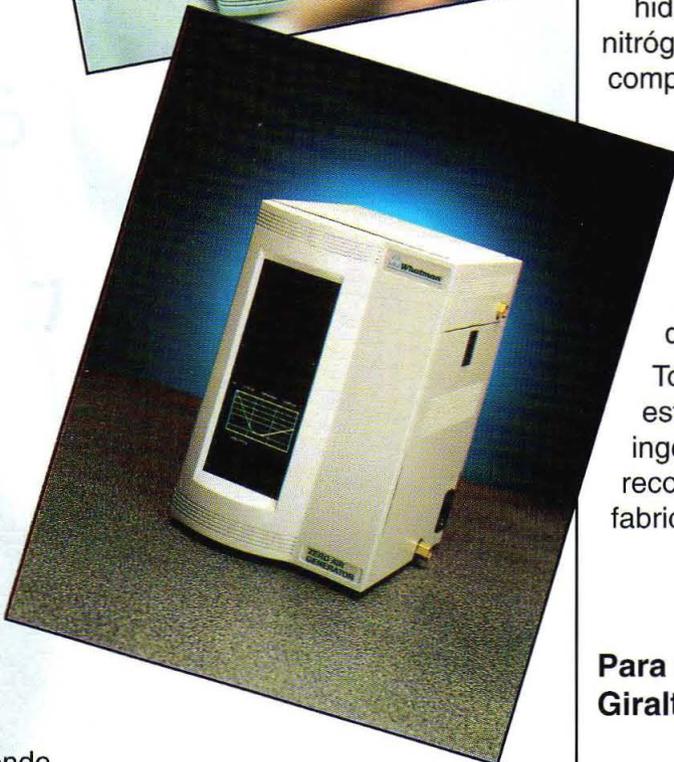
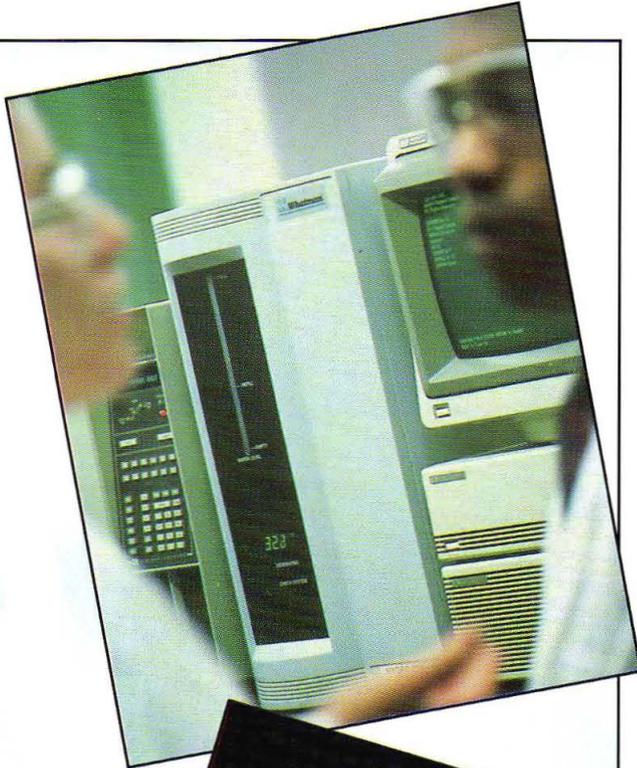
En resumen, algunas nuevas ideas se ensayaron en esta reunión y algunas otras se apuntan ya en mi mente para la 15th International Mass Spectrometry Conference del año 2000 en Barcelona. ¡Debería ser una conferencia memorable en consonancia con una fecha también memorable!

E. Gelpí

* * *

Whatman

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



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

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

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

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

ahorran un espacio valioso !

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

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



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

GIRALT S.A.

Capitán Haya 56

Madrid 28020

Tel: (91) 579 04 69

Fax: (91) 571 10 70

BARCELONA 20-25 OCTUBRE 1996

EXPOQUIMIA'96

FERIA TECNICA DE LA QUIMICA APLICADA



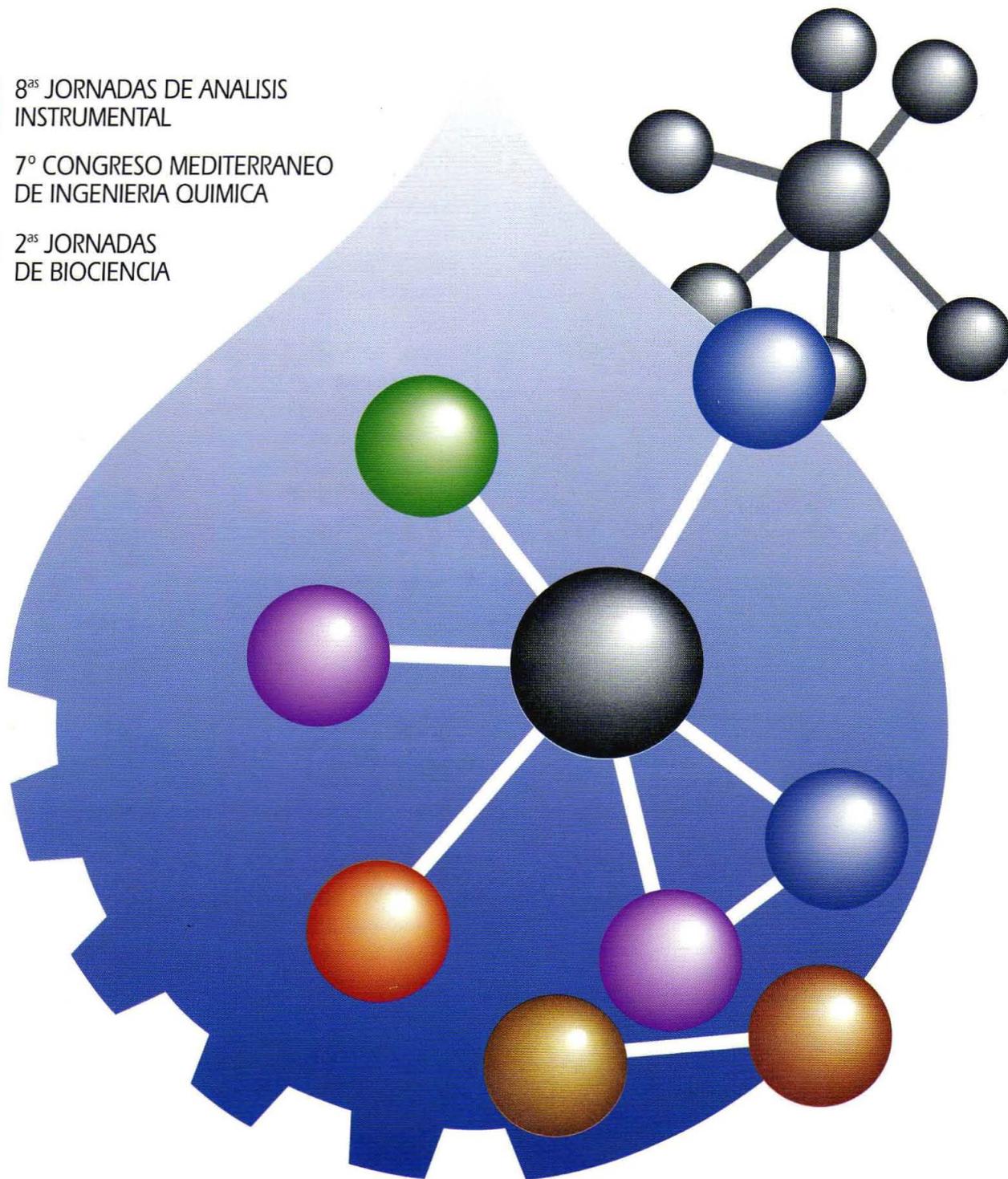
8^{as} JORNADAS DE ANALISIS INSTRUMENTAL



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 METALICOS
Plaza de Cronos, 5
28037 MADRID
- SUGELABOR
Sicilia, 36
28038 MADRID
- TEKNOKROMA
Ctra. Cerdanyola, 71, 2º
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- VARIAN-IBÉRICA, S.L.
Avda. Pedro Díez, 25, 3º
28019 MADRID
- WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.
Entenza, 24
08015 BARCELONA

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

Dr. Xavier Guardino
Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines - Centro Nal. de Condiciones de Trabajo
C/ Dulcet, 2-10 - 08034 Barcelona

acompañado de la correspondiente autorización bancaria. Precio 1996: 5.500 Ptas.
Señale la dirección en la que desea recibir la correspondencia.
Por favor, envíe un cheque por la cuota del primer año.

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

HOJA DE INSCRIPCION

Apellidos Nombre

Ciudad (CP))

Calle núm.

Industria u organización

..... Ciudad..... (CP))

Calle núm.

Firma

Sr. Director del Banco/Caja de Ahorros

Sucursal

Dirección Ciudad

D.

con domicilio en

y con cta. cte. / libreta de ahorro núm. en esta sucursal, ruego a usted se digne dar las órdenes oportunas para que con cargo a dicha cuenta sean abonados los recibos de mi cuota anual de socio que les serán presentados al cobro por la Real Sociedad Española de Química.
Atentamente le saluda,

Firma

Por favor, rellene los datos bancarios en el formato:

/ _ _ _ _ / _ _ _ _ / _ _ / _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ /

Entidad Oficina D.C. Número de cuenta



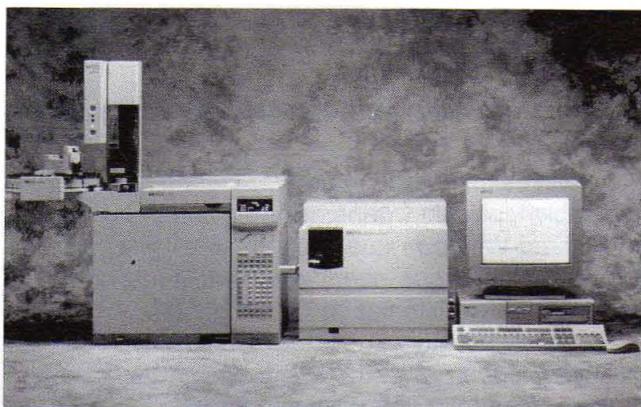
Novedades técnicas



DETECTOR DE EMISIÓN ATÓMICA HP 2350A PARA CROMATOGRFÍA DE GASES

El nuevo Detector de Emisión Atómica de Hewlett-Packard, modelo G2350A, es el único AED para cromatografía de gases (GC), actualmente en el mercado. El instrumento es capaz de detectar prácticamente todos los elementos, excepto el helio, el gas portador, dentro de cualquier compuesto volatilizado con sensibilidades a nivel de picogramos. Varios elementos pueden ser detectados simultáneamente. Dado que el HP G2350A ofrece detección multi-elemento así como excelente sensibilidad y selectividad, un único GC equipado con el nuevo AED puede sustituir a uno o más cromatógrafos de gases que utilicen detectores específicos.

Instrumento de segunda generación, el AED HP G2350A incorpora unos avances tecnológicos muy importantes, permitiendo un rango de aplicaciones más amplio, mejor manejo de datos y posibilidad de integración de datos dentro de todo el laboratorio. El AED HP G2350A es más fácil de utilizar y mantener, es más fiable, de menor tamaño y peso y más barato que su predecesor. Ofrece también mejoras sustanciales en la selectividad del nitrógeno a una nueva longitud de onda, algo especialmente útil en aplicaciones de petróleo y medio ambiente. Estas mejoras hacen que resulte práctico extender el uso del AED del laboratorio de investigación/central a las aplicaciones de rutina de QA/QC.



El AED HP G2350A ha sido diseñado para poder ser conectado al GC HP 6890, el cromatógrafo de gases de HP más avanzado. Dado que los usuarios pueden programar los parámetros del GC y del AED desde la ChemStation AED de HP, la adaptación del sistema a las necesidades del cliente y la acomodación a los nuevos métodos resultan sencillas. Esta mayor versatilidad potencia el papel del GC-AED como una alternativa económica de los GC equipados con varios detectores específicos para cada elemento.

Control y manejo de datos más sencillo

Las prestaciones incorporadas por la ChemStation del AED G2350A de HP para aumentar la productividad incluyen la puesta en marcha, manejo y control de datos para una operación automatizada, adquisición simultánea de muestras y análisis de datos "off-line". Dado que la ChemStation del AED de HP opera con Windows, los usuarios ya familiarizados con el manejo de la ChemStation HP para GC necesitarán muy poco entrenamiento para poder operar eficazmente con el AED HP G2350A. Los usuarios no experimentados que estén realizando análisis de QA/QC encontrarán que los controles electrónicos del sistema y la interfase gráfica del usuario (GUI) hacen que el aprendizaje resulte muy sencillo.

Menores costes de mantenimiento

El diseño del AED, con la incorporación de varios factores tendentes a economizar costes de fabricación (por ejemplo, la reducción del tamaño de espectrómetro y de muchos otros componentes) ha hecho posible ofrecer el AED HP G2350A a un precio comparable al de un sistema GC/MS de sobremesa. La reducción del tamaño del espectrómetro ha tenido el beneficio añadido de una menor necesidad de nitrógeno como gas de purga, tan caro en la mayoría de los países. La interfase GC-AED, rediseñada, simplifica el cambio del tubo de descarga, convirtiéndolo en mera rutina. Otras innovaciones introducidas en el diseño, tales como el uso de componentes modulares allí donde ha sido posible, colaboran a bajar los costes de operación y mantenimiento.

Una gran herramienta para asegurar las operaciones de las refinerías

Los métodos tradicionales para caracterizar las fracciones de crudos, tales como la destilación física, son costosos, laboriosos y sujetos a error. Un sistema más exacto, eficaz y económico sería utilizar el AED HP G2350A junto con GC para la separación, a fin de determinar la distribución de temperatura del contenido de azufre y metal de las fracciones de petróleo. La determinación del contenido de azufre y metal permite a la refinería seleccionar el tratamiento más apropiado para las corrientes de proceso. El AED HP G2350A puede ser utilizado también para monitorizar el contenido de aditivos en la producción de gasoil o gasolinas reformuladas.

Aplicaciones de medioambiente potenciadas

El sistema AED HP 2350A es una potente herramienta para el barrido y el análisis medioambiental. La respuesta del AED a elementos tales como C, S, Cl, Br, F, P, N y metales en muestras de medioambiente pueden ser utilizada para detectar analitos de interés y para revelar la presencia de contaminantes no esperados. Entre otras importantes aplicaciones se incluyen el aseguramiento de la toxicidad en metales pesados en medio ambiente.

MERCK

El barrido de los elementos con el AED HP G2350A ha demostrado su utilidad para localizar picos de interés en cromatogramas de iones totales (TIC) MS. El AED de HP pueden autentificar su respuesta mediante la verificación de la firma espectral del elemento de interés. Esto hace que los datos del AED sean particularmente útiles a la hora de confirmar los resultados de técnicas tales como la GC/MS. El AED de HP puede ser también utilizado para confirmar análisis por GC/MS en casos en los que las caracterizaciones son incompletas o dudosas dada la complejidad de la muestra o la presencia de sustancias interferentes y/o analitos co-eluyentes.

Una cuantificación sin patrones

Mientras que el análisis cuantitativo con la mayoría de los detectores de un único elemento precisa la construcción de curvas de calibración utilizando analitos de interés como patrones, la calibración para análisis comparables utilizando el AED G2350A a menudo sólo necesita que los patrones contengan el elemento de interés. La calibración de compuestos independientes por AED resulta posible dada la relación lineal entre la respuesta del AED y la concentración del elemento, prácticamente independiente de la estructura molecular. Generalmente, el AED HP G2350A puede cuantificar un compuesto dentro del 10% o mejor utilizando cualquier compuesto de calibración que contenga el elemento de interés. El AED puede incluso ser utilizado para confirmar la exactitud de patrones previamente calibrados. El AED de HP puede también utilizar patrones de analitos de interés cuando se necesita una calibración de máxima exactitud.

De I+D a QA/QC

El detector de emisión atómica representa la salida de la instrumentación analítica tradicional. Hasta ahora, los métodos GC basados en la sensibilidad a un elemento específico imponían el uso de detectores selectivos a un elemento. Muchos de estos detectores están sujetos a una gran variedad de interferencias. Incluso los espectros de masas pueden resultar difíciles de interpretar en situaciones analíticas complejas. Entre las virtudes del AED está la posibilidad de utilizar su detección de elementos multicanal para realizar una confirmación cruzada de los resultados, anular las interferencias que puedan sufrir los detectores de canal único y proporcionar datos suficientes para resolver y cuantificar sin ambigüedades los compuestos cromatografiados.

Hewlett-Packard Española, S.A.

Ctra. N-VI, Km. 18,300.

28230 Las Rozas de Madrid.

Instrumentación e Informática Química.

Tels.: (91) 626 15 00 - Dpto. Ventas.

(91) 626 15 01 - Dpto. Soporte.

Télex: 23515. Fax: (91) 626 18 30.

Servicio atención al cliente: 901-11 68 90.

Fax: 637 65 05

Aplicaciones en CD ROM para el HPLC LaChrom

En los últimos años la HPLC se ha consolidado como el método de análisis más utilizado en el laboratorio. La instrumentación se ha convertido en casi perfecta, pasando de una utilización selectiva y reservada a expertos a ser ampliamente utilizada. Como consecuencia, la demanda de prestación de servicios en forma de aplicaciones, formación y mantenimiento ha aumentado enormemente. Aparece en este momento el concepto multimedia que combinado con la HPLC abre nuevos campos de aplicación en cromatografía.

Palabra e imagen son los medios de comunicación más eficaces que existen. Cualquier combinación de elementos, ya sean gráficos en forma de texto, lenguaje, música o animación, es sinónimo de multimedia. En el HPLC LaChrom, el sistema multimedia es un elemento más, en este caso un generador de información. Se reevalúa el papel del PC, pasando de ser un mero controlador instrumental a un auténtico reproductor audiovisual. Aplicaciones insospechadas aparecen de repente como herramientas de uso habitual.

El CD ROM de LaChrom permite el desarrollo de aplicaciones integradas en el propio equipo de HPLC tan útiles como: Consultar una base de datos con más de 30.000 aplicaciones para HPLC. Disponer de un programa de formación para cromatografía con simulación de cromatogramas. Acceder a una guía para detección de problemas en HPLC. Disponer de un programa de mantenimiento preventivo para cada módulo con visualización de las operaciones de sustitución de componentes. Consulta de hojas de seguridad de productos utilizados en HPLC y todo ello con tan sólo apretar un botón, sin abandonar el trabajo cromatográfico en curso.

Borwin. Programa para integración en cromatografía

Borwin es un programa multitarea para adquisición, integración, cálculo y generación de informes, basado en entorno Windows que saca ventaja de la tecnología de 32 bits y que permite la conexión simultánea de hasta cuatro sistemas de cromatografía.

La aplicación Borwin permite efectuar sin ninguna dificultad, operaciones de comparación de cromatogramas. Controlar dispositivos externos tales como válvulas y alarmas. Gobernar gran número de módulos de otros fabricantes. Generar listas de trabajo. Crear métodos de integración. Utilizar un editor de fórmulas para cálculos no corrientes. Generar informes a medida. Efectuar recálculos por lotes. Realizar cálculos aritméticos sobre los cromatogramas y todo ello por el coste de prácticamente un integrador.

Borwin también incorpora características GLP, sólo disponibles en estaciones de datos: Código de acceso a ficheros y métodos jerarquizado y supervisado

por el administrador. Funciones de auditoría para asegurar trazabilidad. Recuperación de los datos originales sin modificar. Cromatogramas y métodos en el mismo fichero.

Borwin está disponible en forma de licencias para uno, dos o cuatro sistemas de cromatografía, ya sean de HPLC o de GC. La aplicación es ejecutable indistintamente bajo Windows 3.1 o la nueva plataforma de Windows 95. En breve nuevos productos tales como aplicaciones para GPC. Destilación simulada y optimización de métodos en HPLC se incorporarán al programa Borwin.

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

MILLIPORE

NUEVO MONITOR DE COT MILLIPORE A-10

¿Sabe usted realmente qué contiene su agua ultrapura?

Cuando se trata de agua ultrapura, hay cosas que usted no ve, pero que pueden afectar a sus resultados. Aunque el resistímetro de su equipo indique que el agua producida tiene 18,2 M Ω .cm –la mejor calidad que se puede alcanzar–, no se engañe: la resistividad es sólo una medida de la pureza **iónica** del agua. A pesar de su elevada resistividad, el agua que usted utiliza puede contener altas concentraciones de **contaminantes orgánicos** que no son detectados por el resistímetro de su equipo.

Medir la resistividad no es suficiente

Es un hecho que la mayoría de los equipos de producción de agua ultrapura agotan su capacidad de eliminar contaminantes orgánicos disueltos antes de perder la capacidad de eliminar iones inorgánicos. Este desfase produce niveles elevados y variables de materia orgánica en el agua purificada. Con la instrumentación actual, incluso bajas concentraciones de compuestos orgánicos disueltos en el agua ultrapura pueden interferir en los análisis y arruinar sus resultados. Millipore presenta una **nueva tecnología** para medir el nivel de materia orgánica en agua ultrapura.

Medición de COT (carbono orgánico total) en el agua ultrapura

Millipore reconoce la necesidad de medir los niveles de materia orgánica como un factor crítico en la producción de agua ultrapura para HPLC, IC, estudios toxicológicos, y otras técnicas de alta sensibilidad a la materia orgánica. Por ello hemos introducido un nuevo accesorio revolucionario que incorpora a su actual sistema de purificación de agua la capacidad de medir cuantitativamente la concentración de materia orgánica (como COT) del agua producida, alcanzando un nivel de detección de 1 ppb.



Actualice su sistema de purificación de agua para que pueda medir COT en línea

Si usted ya dispone de un sistema Millipore de producción de agua ultrapura, ahora puede actualizarlo mediante la simple adaptación del nuevo monitor de COT Millipore A-10, capaz de medir la pureza orgánica del agua. El monitor A-10 ha sido desarrollado conjuntamente con Anatel Corporation, el líder mundial en medición de COT aplicada a la producción de agua de alta pureza en la industria microelectrónica. Por ello, el monitor A-10 es el único sistema realmente fiable que existe en la actualidad, ya que en su desarrollo se ha tenido en cuenta la problemática específica de la medición de COT.

Vea a simple vista todo lo que contiene el agua que utiliza

No siga ignorando qué contiene su agua ultrapura. Para saber más sobre la medición de COT y su importancia, póngase en contacto con la División de Purificación de Agua de Millipore, por teléfono (91-729 03 00 y 93-325 96 16) o por fax (91-729 29 09 y 93-325 98 96). No olvide solicitar un ejemplar del boletín técnico TB067, que describe la importancia de la medición de COT.

NUEVA GUÍA DE PRODUCTOS Y APLICACIONES PARA USUARIOS DE HPLC Y OTRAS TÉCNICAS ANALÍTICAS

Acaba de publicarse un nuevo folleto de 12 páginas, en castellano y a todo color, que describe los productos Millipore para preparación de muestras y disolventes, y su aplicación en HPLC (cromatografía líquida de alta eficacia) y otras técnicas analíticas (cromatografía iónica, absorción atómica, electroforesis, etc.).



El contenido de esta publicación es el siguiente:

Introducción

- Importancia de la preparación de muestras y fases móviles.

Filtración de muestras

- Unidades Millex para microfiltración mediante jeringa.
- Selección de la unidad Millex idónea en función del tipo y volumen de muestra.
- Unidades especiales para ultrafiltración, y para procesar muestras múltiples.

Preparación de fases móviles

- Clarificación y degasificación en un solo paso.
- Selección del filtro de membrana idóneo para cada aplicación.

Purificación de agua para técnicas analíticas

- Importancia de cada contaminante presente en el agua.
- Patrones de calidad del agua purificada.
- Requisitos del "agua para HPLC". Sistemas de purificación adecuados.

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.

SUGELABOR, S.A.

Al servicio del análisis

NUEVAS COLUMNAS DE SÍLICE NO POROSA MICRA NPS

Micras Scientific Inc. ha nombrado a Sugelabor, S.A. representante exclusivo en España de su línea de productos para HPLC con sílice no porosa de alta tecnología.

El soporte de microesferas de sílice no porosa de elevada pureza y 1,5 µm de diámetro, unido a una avanzada tecnología de derivatización y una de las mejores técnicas de empaquetado del mundo, conlleva unos beneficios tangibles en el análisis por HPLC:

- **Reducción del tiempo de análisis** entre 3 y 20 veces.
- **Drásticas reducciones en el consumo de fases móviles** (hasta el 95%) y de modificadores orgánicos (incluso su completa eliminación).
- **Aumento de la estabilidad frente al pH** entre 2 y 10, y frente a excipientes y otras materias.
- **Mayor sensibilidad** en la detección.
- En aplicaciones biológicas, **recuperación completa de la muestra**.

Todas estas ventajas se consiguen sin necesidad de modificar su actual equipo de HPLC. Se mantiene el empleo de bombas y detectores convencionales.

Micra, dispone de columnas de sílice no porosa de fase normal y reversa. Actualmente se trabaja en el desarrollo de columnas para otras modalidades cromatográficas: intercambio iónico, quirales, base-desactivadas y capilares, que podremos poner a su disposición en breve.

A continuación les exponemos algunas aplicaciones relevantes obtenidas con columnas Micra NPS.

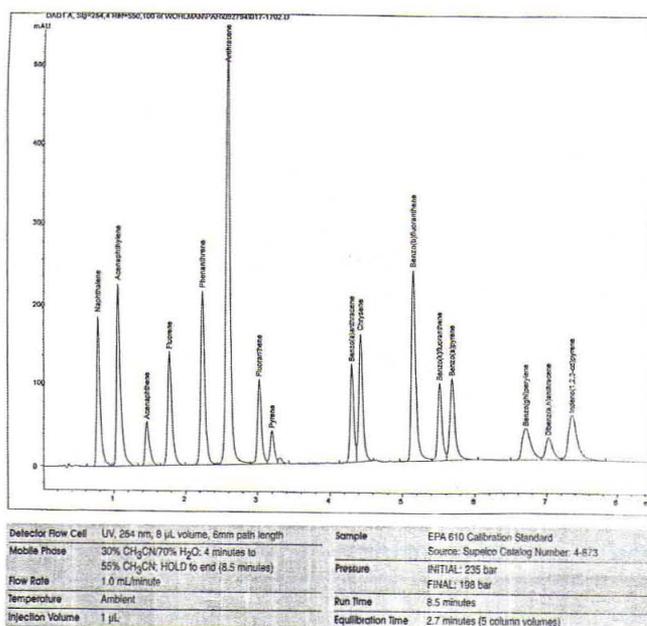


Fig. 2: Análisis de PAHs del método EPA 610, en 8 minutos sin pérdida de resolución.

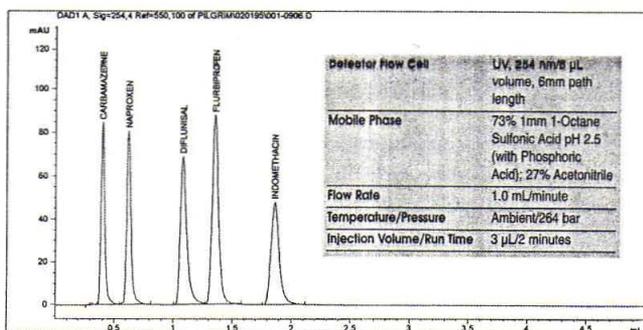
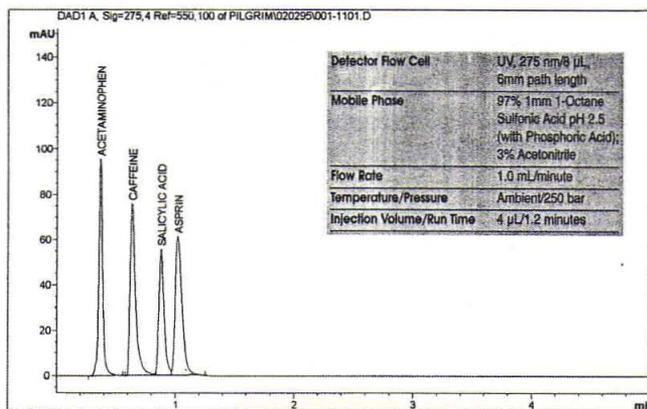


Fig. 1: Análisis de analgésicos. El tiempo empleado llega a ser 20 veces más rápido en comparación con columnas de sílice porosa.

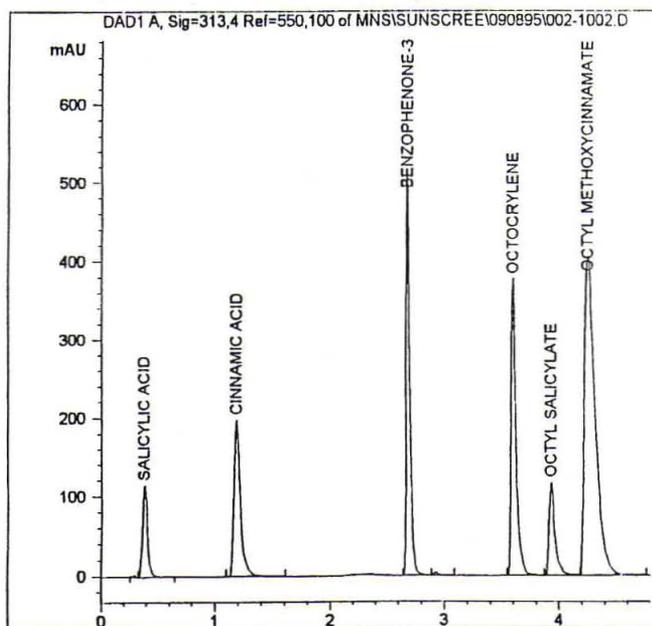


Fig. 3: Análisis de principios activos en cosméticos que suponen 30 min con columnas convencionales.

Fase móvil: 30% B (1 min) hasta 70% B en 1,1 min. A: 0,05% ácido acético en agua. B: Metanol.
Flujo: 1 mL/min.
Detección: UV a 254 nm.

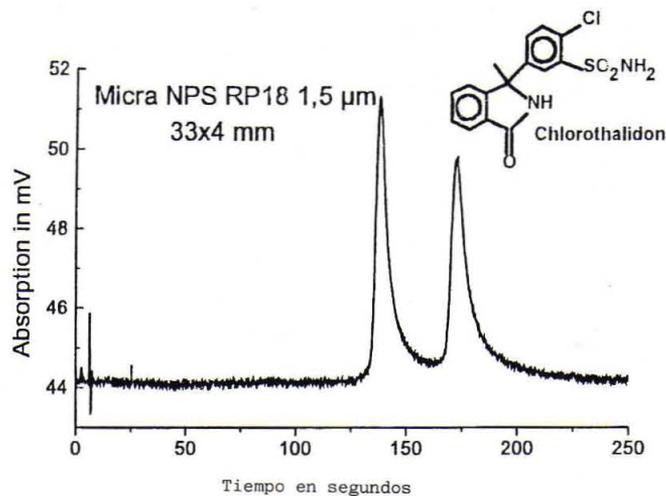


Fig. 4: Análisis de isómeros ópticos del clorotalidón en sólo 3 min.

Fase móvil: Agua con 0,5% β -ciclodextrina y 0,1% TFA pH=5,0 con trietamina.
Flujo: 1,75 mL/min.
Detección: UV a 210 nm.

Si necesita mayor información sobre la tecnología de sílice no porosa, no dude en contactar con nuestro departamento técnico o comercial.

Sugelabor, S.A.
Sicilia, 36
Tel. (91) 501 39 36
Fax (91) 501 39 38
28038 Madrid

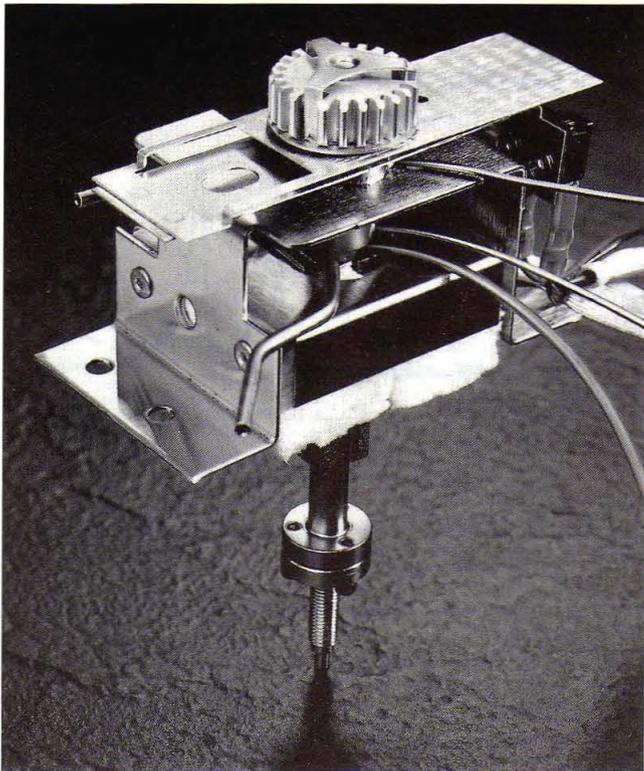
varian

NUEVO INYECTOR UNIVERSAL VARIAN PARA GC

El nuevo inyector capilar universal Varian 1078 para GC mejora sus prestaciones, incrementando los niveles de recuperación, permitiendo análisis de los compuestos más polares y térmicamente lábiles y disminuyendo el tiempo de mantenimiento del inyector a la mitad.

Este nuevo inyector capilar representa la última generación en tecnología Varian y aporta las ventajas del inyector programable (SPI), patentado por Varian, que puede incluir "split", "splitless", y "splitless" con rampas de temperatura para una máxima flexibilidad del inyector. Asimismo, se facilita la inyección de volúmenes grandes que permiten obtener niveles de detección de partes-por-trillón mediante GC o GC/MS sin ningún coste adicional.

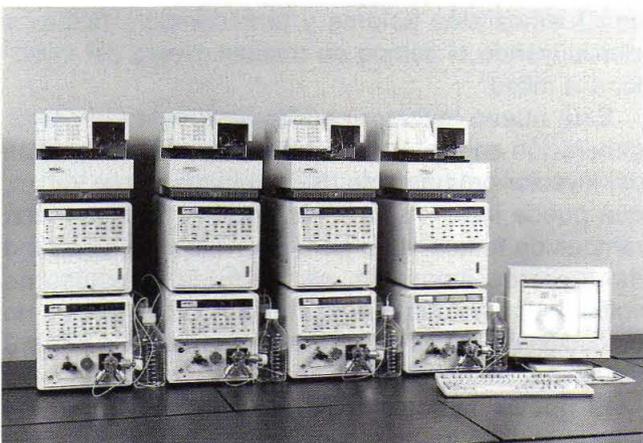
El nuevo inyector 1078 es compatible con las columnas 50-530 μ m y tiene capacidad de operación isoterma o con programa de temperatura. Además dispone de un nuevo diseño de sellado para facilitar las operaciones de inyección.



El nuevo inyector de Varian es integrante de la serie GC STAR CX de Varian, que incluye el sistema de inyección automática Varian 8200 CX, con velocidad de inyección y tiempo de inserción de la aguja programables, modo de inyección "sandwich" y microextracción en fase sólida (SPME).

NUEVA ESTACIÓN DE DATOS VARIAN PARA HPLC

Varian ha introducido recientemente un nuevo software para su estación de datos para cromatografía. El nuevo software ahora permite también controlar los sistemas Varian Star Quality y Varian Prospekt para HPLC desde la estación de datos, facilitando la preparación de las muestras más que nunca.



Las nuevas mejoras en el software ofrecen un control total desde el ordenador de todo el sistema

HPLC, desde la preparación de las muestras hasta el análisis, mejorando así la rapidez y precisión de proceso completo. Todos los parámetros de operación son automáticamente documentados y asimismo, pueden almacenarse un número ilimitado de métodos.

La posibilidad de controlar desde la estación de datos los sistemas Star Quality y Prospekt HPLC proporciona unas herramientas inigualables para los laboratorios farmacéuticos de control de calidad, para laboratorios de medioambiente y cualquier laboratorio que necesite una preparación de muestra rápida y fiable.

VARIAN EN INTERNET

Varian ha presentado recientemente su nueva página de información en la World Wide Web de Internet, que permite a los usuarios e interesados acceder a un amplio rango de información y servicios. La dirección de acceso a la página Varian es <http://www.varian.com>.



Una sección de la página Varian está dedicada a la instrumentación analítica. En ella podrá encontrar información sobre las líneas de espectroscopía, cromatografía, resonancia magnética nuclear, estaciones de datos, preparación de muestras, LIMS, etc. También dispondrá de información sobre aplicaciones especiales y soluciones técnicas a problemas analíticos en numerosos campos de aplicación.

Para más información, por favor, contacte con:

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

Con LaChrom

la HPLC acaba de entrar en el siglo XXI



¿Una afirmación ambiciosa?
En absoluto.

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

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

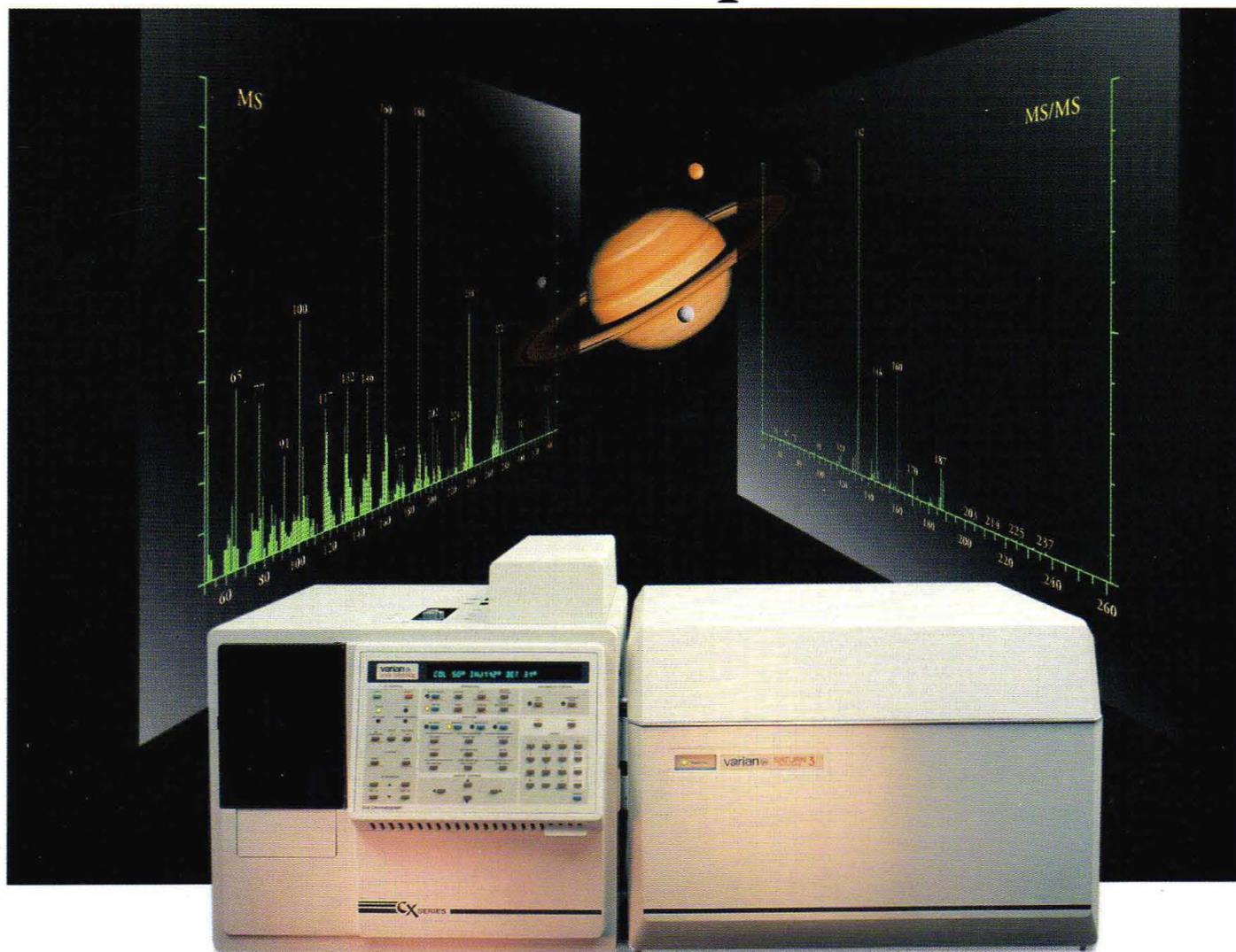
Diseñado y fabricado de acuerdo con los requisitos de un sistema de calidad ISO 9001, LaChrom ofrece una garantía de dos años y se suministra con certificados de prueba y validación.

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

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

MERCK

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



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

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

Para más información, no dude en llamarnos.

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



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

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

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