Cromatografía y

Técnicas

A fines

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

Volumen 21. Núm. 2 (2000)

A VECES, LA INNOVACIÓN TIENE SENTIDO.

SISTEMA DE PRODUCCIÓN DE AGUA ULTRAPURA PARA LABORATORIO.

Nuevo
Milli-Q

Al rediseñar los equipos que establecieron el patrón de calidad en el agua ultrapura, hemos tenido muy en cuenta las sugerencias de los usuarios. La nueva gama Milli-Q® refleja esas nuevas necesidades, que dan más flexibilidad, mayor facilidad de uso y mejor control de la calidad del agua. El nuevo Milli-Q está diseñado para ser actualizable con una serie de opciones en cuanto a tecnologías de tratamiento y a módulos de ultrapurificación, más las posibilidades de medir en línea el carbono orgánico total (COT) y de registrar los niveles de calidad del agua.

Ahora, usted puede dar un importante paso adelante en su trabajo. Esta innovación sí tiene sentido.

Para más información sobre el nuevo Milli-Q:

Millipore Ibérica, S.A.

Tel.: 917 283 960 y 934 525 530

Fax: 917 292 909 y 934 516 048

Web Internet: <http://www.millipore.com>

E-mail Internet: iberica@millipore.com

MILLIPORE

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, diciembre de 2000 Vol. 21, núm. 2

ISSN 1132-1369

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (www.iqo.csic.es/gcta/index.htm)

(Real Sociedad Española de Química)

INDICE

42 **EDITORIAL**

ARTICULOS

43 Cromatografía, pintura artística y restauración *por J. M. Bueno Marco y J. Modenés Zango*

NOTICIAS DEL GCTA

51 Próxima Reunión

52 La Reunión de Alcalá

54 Nuevos Socios

57 Premio: Laboratorio de Enología (UCLM)

57 Necrológica: Miguel Ángel López Sánchez

INFORMACIONES

60 Calendario de actividades

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

65 Nota técnica: pipetas de microabsorción para preparación de muestras en MS, *por Antonio J. Hernanz Plaza*

67 Novedades técnicas

Directora: Isabel Martínez Castro
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid. Tel.: 91 562 29 00, ext. 212
E-mail: iqomc16@iqog.csic.es

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

Comité Editorial: J. Sanz, E. Gelpí, M. de Frutos, M.D. Cabezudo, M.L. Marina, G. Reglero y C. Gutiérrez Blanco

Depósito legal: M-1.902-1975

Diseño, preimpresión e impresión: Helios, S.A. • Avda. de Manoteras, 22 • 28050 Madrid • Tel.: 91 768 49 50

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

El pasado mes de julio en el marco de la XXIX Reunión del GCTA que tuvo lugar en Alcalá de Henares se procedió, de acuerdo con los estatutos vigentes, a la elección de la mitad de la Junta de Gobierno. El listado de miembros de la junta directiva lo podéis encontrar en la web de grupo www.igo.csic.es/gcta. La mayor parte de los miembros de la nueva junta repiten mandato pero hay dos que no se presentaron y yo quisiera aprovechar el marco que me brinda este editorial para agradecer a ambos, Lluís Comellas y Carmen Dorronsoro, su dedicación y esfuerzo durante los años que han sido miembros de la Junta. Los asistentes a la XX Reunión del GCTA que se celebró en el Palacio de Miramar de San Sebastián hace ya casi diez años, en 1999 recordamos con cariño los buenos momentos que pasamos en aquella preciosa ciudad. Los miembros de la Junta recordamos además, numerosas reuniones en las que el entonces presidente Emilio Gelpí nos informaba que Carmen iba mandando fondos que provenían del superávit de la reunión, sinceramente Carmen muchas gracias. A Lluís Comellas nuestro tesorero durante bastantes años lo recordaremos con los informes que sobre el estado general de las cuentas, ingresos y gastos nos ha presentado asamblea tras asamblea, y sentado en una mesa delante de una larga cola de becarios dispuestos a recibir el talón que les permite asistir a nuestras reuniones. Además quisiera recalcar que durante los dos últimos años ha tenido un trabajo adicional ya que el cambio en el sistema de cobros que como recordaréis ha pasado de la Real Sociedad al GCTA, le ha comportado un esfuerzo extra. A ti también Luis muchas gracias.

En este momento, enero de 2001, nos encontramos entre dos reuniones, la de Alcalá de Henares, que tuvo lugar el pasado mes de julio y la próxima, la XXX, que se celebrará en Valencia, el próximo mes de abril. Respecto a la reunión de Alcalá no voy a extenderme mucho, los asistentes pudisteis disfrutar de una reunión que no dudo en calificar de un éxito con una elevada asistencia de congresistas, con interesantes conferencias, ponencias y mesas redondas y un número muy considerable de carteles; baste señalar que se han enviado 56 artículos para su publicación en el *Journal of Chromatography*, que actualmente están en proceso de evaluación. Además la meteorología ayudó y no hizo el calor típico del mes de julio lo que nos permitió pasear y disfrutar de la ciudad. Podéis encontrar información más detallada de la reunión en un artículo especial en este mismo número, yo tan sólo quisiera en este editorial y en nombre de la Junta y de todos los socios del GCTA, agradecer a María Luisa Marina y a su grupo de trabajo el esfuerzo dedicado a la organización de la reunión.

En la vida de Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines las reuniones anuales son una de las actividades prioritarias ya que permiten el encuentro de los socios, el intercambio de opiniones, la presentación de las innovaciones más importantes además de la incorporación de socios jóvenes y es por ello que nos esforzamos en su organización. La próxima reunión del GCTA, la XXX, se celebrará en Valencia del 18 al 20 de abril de 2001. Jordi Mañés, vicepresidente del GCTA, está preparando un programa científico atrayente con conferenciantes invitadas que nos van a hablar de temas tales como algunas aplicaciones de la Field Flow Fractionation (FFF), la cromatografía en el dopaje, la importancia de las técnicas de separación en el análisis de alimentos, algunos métodos de tratamiento de muestra y precontratación o el análisis de glicoproteínas entre otros, que se complementarán con presentaciones orales, mesas redondas y discusión de carteles y con la asistencia de las casas comerciales. Además se organizarán diversos actos de carácter lúdico a celebrar durante la reunión. El pasado mes de diciembre se recibió la primera circular con el detalle de los plazos y demás información. Os recuerdo que la fecha para la presentación de los resúmenes es el 15 de febrero. Toda la información sobre la reunión se puede encontrar en la siguiente dirección: <http://www.uv.es/cromatografia/GCTA200>.

No quisiera acabar estas palabras de la presidencia sin invitar a todos los miembros del GCTA a asistir a la reunión de Valencia en la que además de las sesiones científicas se va a celebrar la asamblea anual del grupo.

M. T. Galcerán
Presidenta del GCTA

ARTICULOS

Cromatografía, pintura artística y restauración

J.M. Bueno Marco(*) y J. Modenés Zango(**)

(*)Hausmann SA - Departamento de I+D - Pasaje 10 (Pol. Ind. Torre Bovera)

San Andrés de la Barca (Barcelona)(**) Departamento de Historia del Arte Facultad de Geografía e Historia U.B. Email: jmj_restauracion@hotmail.com

INTRODUCCIÓN

Las técnicas cromatográficas están aportando gran cantidad de información en distintos campos de las ciencias, como la bioquímica, medicina, farmacia, agricultura, alimentación, medio ambiente, petroquímica, etc. Sin embargo las humanidades no han sido ajenas al aporte de estas técnicas. Áreas como la arqueología o la historia del Arte están aplicando la cromatografía cada vez en mayor proporción y con resultados muy positivos. Posiblemente es en la investigación de la historia del Arte, sobre todo pintura, donde más se han concentrado los últimos trabajos científicos, que utilizan las técnicas cromatográficas con el objetivo principal de ayudar a la autentificación de obras de arte, así como para aportar datos que servirán para la restauración y conservación de éstas.

Si en una obra pictórica eliminamos el elemento artístico y nos centramos en los materiales que la componen, nos encontramos con una matriz bastante compleja, compuesta por pigmentos minerales y orgánicos, aceites vegetales secantes, gomas, resinas, ceras, aglutinantes proteínicos y toda una serie de aditivos orgánicos e inorgánicos, que con el paso del tiempo han sufrido una serie de transformaciones fisicoquímicas de envejecimiento, que repercutirán en una modificación de la composición química original.

Corresponde al químico analista determinar cuales de todos estos componentes pueden estar presentes, o por los resultados obtenidos deducir cuales fueron los componentes de partida. Los aceites vegetales pueden detectarse después de una transesterificación a ésteres de alcoholes de cadena corta (metilo, etilo, isopropilo). Las ceras se identifican a través de los hidrocarburos o los alcoholes que contienen. Las proteínas mediante los aminoácidos después de una hidrólisis. Las gomas también son hidrolizadas, sirviendo los azúcares y ácidos urónicos formados como elementos de identificación. Las resinas de los barnices se detectan a través de los derivados di- y triterpénicos que contienen, y los taninos a través de los fenoles. El método utilizado debe ser rápido, fácil y reproducible, que aporte el máximo de información, tanto cuantitativa como cualitativa y por último, si es posible, que precise la mínima cantidad de muestra. Sin duda son las técnicas cromatográficas las que mejor cumplen estos requisitos, y particularmente la cromatografía de gases-

espectrometría de masas, gracias a su dualidad separación-identificación, aunque como podremos ver en la presente revisión prácticamente todas las técnicas cromatográficas han sido y siguen siendo utilizadas.

Determinación de aditivos en obras de arte por GLC/MS	
Presencia de:	Característico de:
Ácidos abiético, pimárico, 7-oxoabiético y dehidroabiético	Resina colofonia
Ácido azelaico	Aceites secantes
Ácido aleurítico	Goma laca (Shellac)
Ácidos comunicos	Resina copal
Ácidos morónico y oleanónico	Resina almáciga
Ácido sandaracopimárico	Resina sandáraca
Dammaranos	Resina dammar
Esteres lineales de C-40 a C-48, mayoritario el palmitato de miricilo	Cera de abejas
Esteres lineales de C-48 a C-64	Cera carnauba
Hidrocarburos lineales impares del C-23 al C-33, mayoritario el C-27	Cera de abejas
Hidrocarburos lineales impares, mayoritario el C-31	Cera candelilla
Hopanos (colestano)	Betún de Judea
Larixol	Trementina de Venecia
Palmitato de cetilo	Espermacti de ballena
Reteno	Brea

Tabla 1. Aplicación de la GLC/MS a la detección de componentes de obras de arte

Con los resultados obtenidos por las técnicas analíticas, tanto el conservador como el restaurador tendrán la máxima información sobre la composición original de la obra para saber como tratarla, y para el historiador de arte esta información puede ayudarle no sólo para saber el estado de la técnica en el momento de la creación de la obra, sino también para confirmar o rechazar su autoría.

El interés de la aplicación de las técnicas cromatográficas en el campo del arte ha dado lugar a una serie de revisiones¹, comunicaciones en congresos de conservación², dossiers publicados en revistas analíticas³, capítulos en libros especializados⁴⁻⁵ y cerca de tres centenares de artículos en los últimos 40 años. En una búsqueda

Fig. 1. Artículos publicados sobre la aplicación de la cromatografía en el arte.

bibliográfica que realizamos entre enero de 1999 y enero del 2000 en el catálogo informatizado de la biblioteca del ICCROM en Roma, con la palabra clave "chromatography" obtuvimos un resultado de 282 citas, distribuidas según la figura 1.

El objetivo de la presente comunicación es efectuar una revisión sobre la evolución de las técnicas cromatográficas aplicadas a la analítica del arte, principalmente la pintura y presentar su estado actual.

TÉCNICAS CROMATOGRÁFICAS

1. Cromatografía en papel

Como en la mayoría de los campos, la primera técnica cromatográfica que se utilizó fue la de papel. Entre 1952 y 1955 Mills y Werner⁶⁻⁷ la utilizaron para el estudio y la identificación de resinas naturales, entre ellas la resina dammar. La metodología consistió en una separación en fase inversa y revelado con fenol y vapores de bromo. En 1954 Macek y Hamsik⁸ utilizaron esta técnica para la caracterización de aglutinantes. Cuatro años más tarde Hey⁹ identificó aglutinantes proteínicos mediante la hidrólisis de las proteínas y la separación de los aminoácidos en un papel Whatman nº 1, empleando como fase móvil n-butanol, ácido acético glacial y agua en proporciones 60:15:25. La visualización se hizo con ninhidrina e isatina.

En 1963 Kleber y Tricot-Marckx¹⁰ combinando la espectroscopía de infrarrojo y cromatografía en papel pudieron diferenciar, en una obra de Rubens, cola animal aplicada por el autor, y cola fresca procedente de una restauración.

En los últimos años todavía se han publicado artículos utilizando la cromatografía de papel. En 1988 Poksinska y Shoeib¹¹ identificaron carbohidratos y proteínas después de una hidrólisis ácida. La separación de los azúcares y los aminoácidos formados la realizaron en cromatografía de papel. Gracias a esta técnica pudieron identificar algunas gomas de plantas, empleadas en relieves policromados de tumbas egipcias de la XIX dinastía.

2. Cromatografía en capa fina (TLC)

El primer trabajo publicado sobre la aplicación de la cromatografía de capa fina en obras de arte, es debido a Kléber y Masschelein-Kleiner¹² que en 1964 la aplicaron para el análisis de resinas. En 1968 Flider¹³ publicó un trabajo sobre la identificación de carbohidratos y proteínas en manuscritos iluminados utilizando TLC después de hidrólisis, encontrando que por esta técnica la clara de huevo y la caseína son los que tienen más dificultad en ser identificados.

En 1970 Broekman-Bokstijn y col.¹⁴ publicaron un artículo sobre la aplicación de la TLC en la identificación de constituyentes orgánicos de obras de arte, como resi-

nas, ceras y proteínas. El mismo año Jelninskaya¹⁵ publicó otro artículo sobre la identificación de proteínas.

En la Reunión del ICOM de 1972 en Madrid, Roelofs¹⁶ presentó una comunicación sobre la identificación de ligámenes, como barnices, resinas y colas, así como colorantes rojo y amarillo, en pinturas, por TLC. Para el caso particular de las resinas, la toma de muestra se realizaba mediante una extracción con un algodón embebido en cloroformo, una técnica idéntica a la empleada para la eliminación de la capa de barniz en un cuadro durante su limpieza. La muestra se pasaba a una placa de gel de sílice G y se desarrollaba con cloroformo, empleando como revelador pentacloruro de antimonio en tetracloruro de carbono.

Con objeto de incrementar la sensibilidad del método y emplear menos muestra, Masschelein-Kleiner¹⁷ utilizó los dansil derivados de aminoácidos procedentes de hidrólisis de proteínas aisladas de pinturas, visionando los derivados separados en TLC con fluorescencia en luz ultravioleta.

De Pas¹⁸ hizo un estudio comparativo entre la TLC y la electroforesis para el estudio de materiales protéicos, glúcidos y taninos utilizados en la fabricación de tintas negras anteriores al siglo XVII.

Recientemente el GCI (The Getty Conservation Institute) ha publicado bajo la forma de un libro¹⁹ el curso realizado en su institución en el año 1994 sobre la utilización de la TLC en el examen científico de las obras de arte.

Gutiérrez²⁰ publicó en 1998 un artículo sobre la aplicación de las técnicas cromatográficas al análisis químico de los Bienes Culturales, en el que presenta además de análisis de aceites y resinas por GLC, la aplicación de la TLC para la identificación de colorantes naturales.

3. Cromatografía en columna (CC)

La cromatografía en columna de alúmina ha sido utilizada⁷ para separar los componentes de la resina dammar, algunos de los cuales fueron identificados mediante el Rf en cromatografía de papel, pruebas químicas y los espectros del infrarrojo.

En 1969 Keck y Peter²¹ pusieron en marcha una técnica para la determinación cuantitativa de aminoácidos procedentes de la hidrólisis de proteínas existentes en pinturas. La técnica se basaba en el empleo de la cromatografía en columna con resinas de intercambio iónico, para la separación de los aminoácidos y detección a post-columna con ninhidrina. Con esta técnica pudieron diferenciar la presencia de gelatina, caseína, clara de huevo o témpera, confirmando en cada caso qué ligamen había sido empleado en la técnica pictórica. En este caso la gran ventaja que aporta la cromatografía en columna sobre la TLC radica en la facilidad de obtener datos cuantitativos más fiables.

4. Cromatografía de gases (GLC)

En 1966 Mills²² publicó por primera vez la aplicación de la GLC al análisis de los aceites secantes utilizados en una obra de arte. En el estudio se presentaban los resultados de un trabajo sobre la transformación de los aceites secantes en función de los distintos pigmentos empleados, utilizando también la GLC como técnica separativa para identificar y cuantificar la composición de los ácidos grasos del aceite. Parte de este trabajo había sido presentado en el congreso del ICOM de 1963 en Moscú y Leningrado. Poco después Stolov²³ publicaba los papeles de un seminario sobre la aplicación de la Ciencia en el examen de las obras de arte, que se había realizado en el Museum of Fine Arts de Boston en 1965. El mismo autor²⁴ unos años más tarde emplearía la técnica de pirólisis en GLC para estudiar el envejecimiento de estos aceites.

Rasti y Scott²⁵ realizaron estudios sobre el efecto de los pigmentos en la fotooxidación del aceite de linaza, determinando por GLC la disminución de los ácidos insaturados y el incremento de los dicarboxílicos, fundamentalmente el azelaico.

Fliedel y col.²⁶ utilizaron la GLC de taninos hidrolizados para investigar la presencia de éstos en tintas antiguas.

Basándose en la correspondencia que mantuvo Isabel d'Este con pintores de su época, en donde se citan los materiales normalmente utilizados, Delbourgo y col.²⁷ analizaron una serie de pinturas de aquella época con varias técnicas instrumentales, entre ellas la cromatografía de gases, confirmando el empleo de aceite de nuez como aceite secante. La publicación²⁸ de una serie de análisis realizados en pinturas del Renacimiento, existentes en la National Gallery de Londres, confirmó que la utilización del aceite de nuez estaba muy generalizado en aquella época.

La composición de las resinas naturales empleadas en arte fue estudiada en GLC por Mills y White²⁹ con el objeto de poderlas identificar. Estos autores analizaron por GLC los materiales empleados en 28 pinturas de la National Gallery.

White³⁰ empleó también la GLC para la identificación de ceras, demostrando la gran ventaja que tiene esta técnica sobre la espectroscopía de Infrarrojos.

La introducción de materiales sintéticos en la pintura moderna ha obligado a los expertos en analítica del arte a desarrollar métodos cromatográficos para identificarlos. Este es el caso del trabajo de Sonoda y col.³¹ que identifican por GLC barnices de síntesis y polímeros utilizados en las pinturas actuales.

Fig. 2. Cromatograma de la fracción lipídica de un cuadro de 70 años de antigüedad. La relación palmitato/estearato de 1,2 nos indica que se trataba originariamente de un aceite de linaza. Prácticamente todos los triglicéridos insaturados han desaparecido por oxidación a excepción de una pequeña cantidad de oleato, debido a la todavía corta edad de la obra. Identificaciones: 1. Suberato de dimetilo. 2. Azelato de dimetilo. 3. Palmitato de metilo. 4. Sebacato de dimetilo. 5. Estearato de metilo. 6. Oleato de metilo.

Una técnica combinada de pirólisis y cromatografía gaseosa ha sido utilizada con gran éxito por Derrick y col.³² para identificar gomas naturales en las obras de arte.

En el siglo XIX muchos artistas aplicaron técnicas antiguas. Esto hizo que se pusiera de moda volver a utilizar cera de abejas como aditivo de las pinturas, que había sido abandonado en los siglos anteriores. Colinar³³ utiliza la técnica GLC para la identificación de cera de abejas en obras analizadas del Centro Georges-Pompidou.

5. Cromatografía líquida de alta presión (HPLC)

La HPLC ha sustituido los tradicionales analizadores de aminoácidos para estudiar los aglutinantes proteínicos. La metodología es la generalmente empleada en el análisis de muestras biológicas, y consiste en la utilización de una columna de fase inversa y la separación de los aminoácidos como derivados dansil, PTH, PITC, FMOC, etc., y detección por ultravioleta o fluorescencia. Con esta técnica Roelofs³⁴ pudo diferenciar la presencia de clara o yema de huevo en obras de arte.

En el caso del análisis de proteínas existentes en obras pictóricas, el problema de las interferencias de otros componentes, sobre todo pigmentos y cargas inorgánicas, puede ser muy importante. Halpine³⁵ observó que si la pintura contenía pigmentos basados en cobre o calcio, se

generaban una serie de problemas en la analítica, el primero influye en una disminución de la recuperación de todos los aminoácidos, y el segundo generaba unos bajos valores de los ácidos aspártico y glutámico. La eliminación de la interferencia de estos iones ha sido resuelta de forma distinta según autores, en algún caso se prefiere recuperar el material mediante una simple extracción con solventes adecuados³⁶, en otro se opta por incorporar EDTA³⁷ antes de la derivación del hidrolizado para acomplejar el cobre, o incluso se utilizan resinas para desalar el producto de hidrólisis³⁸ antes de hacerlo reaccionar.

En unos ensayos realizados por uno de nosotros³⁹ para determinar el método óptimo para cuantificar aminoácidos procedentes de proteínas por HPLC, se llegó a la conclusión de que lo más adecuado era emplear el derivado FMOC por ser el más estable en el tiempo y el detector de fluorescencia por ser el más sensible. De esta forma podían obtenerse el máximo de información en casos de poseer muy poca muestra o estar en bajas concentraciones.

Guichard y Guineau⁴⁰ utilizaron con poco éxito la HPLC para identificar colorantes existentes en manuscritos medievales. Sin embargo ha sido ampliamente utilizada con bastante éxito en la identificación de colorantes naturales de tejidos antiguos. El problema de los coloran-

tes naturales es la facilidad que tienen para degradarse, y el problema que se plantea es el de identificar el colorante de origen a partir de los productos de degradación. Nowik⁴¹ indica que un sistema óptimo sería utilizar dos detectores en serie, como el de matriz de diodos y el espectrómetro de masas, para conseguir el máximo de información estructural.

Recientemente se ha utilizado la cromatografía de exclusión (GPC) para estudiar los procesos de degradación de la goma arábiga⁴² y de la resina dammar⁴³. La GPC ha sido utilizada por René de la Rie⁴⁴ para estudiar la variación y estabilidad de los barnices en pinturas. En unos test de envejecimiento acelerado de distintos tipos de barnices, llegó a la conclusión que una mezcla de Regalez 1092 con Tinuvin 292 era la fórmula más adecuada para utilizarse como barniz protector de capas pictóricas en arte, ya que en los análisis realizados no se observaron cambios de solubilidad ni variación en el cromatograma por GPC.

Se han publicado pocos trabajos en el mundo del arte en los que se aplica la HPLC para la detección de gomas a través de los monosacáridos de hidrólisis. La HPLC en columna amino y detector de índice de refracción diferencial ha sido una buena y rápida técnica para detectarlos y cuantificarlos⁴⁵, siempre que se disponga de la suficiente cantidad de producto, condición que no siempre suele cumplirse en el caso de las obras de arte. Para casos de menores cantidades podemos utilizar detectores más sensibles como el de dispersión de luz y columnas poliméricas con mejor resolución para los azúcares.

Empleando una técnica combinada de cuantificación de los monosacáridos, procedentes de hidrólisis, en columna amino con una separación de los ácidos urónicos en fase inversa, pudo distinguirse entre la goma arábiga y la goma tragacanto, a través de sus componentes de hidrólisis⁴⁶.

También se ha utilizado la HPLC para la determinación de oxalato en obras de arte, sobre todo pinturas murales o sobre material lítico⁴⁷. Por lo general se acepta que el oxalato cálcico detectado es resultante del metabolismo de líquenes o cultivos biológicos que ocurren sobre las obras de arte en mal estado de conservación, aunque también se ha indicado la posibilidad de que proceda de la contaminación ambiental. Recientemente⁴⁸ hemos detectado el ácido oxálico en pinturas sobre tela, junto con toda la serie de diácidos, por lo que sospechamos que su precursor ha podido ser el aceite secante.

6. Cromatografía de gases-espectrometría de masas (GLC/MS)

Si bien desde la década de los sesenta, se venía utilizando la espectroscopía de infrarrojo como técnica de identificación de los materiales que componían una pin-

tura, desde finales de los setenta el acoplamiento GLC/MS es la técnica que más se está utilizando para la identificación de componentes en pinturas. De Witte y col.⁴⁹ emplearon una técnica combinada de pirólisis-cromatografía de gases y espectrometría de masas para estudiar la variación de composición en el Paraloid B72, un adhesivo sintético muy utilizado en restauración. Estos autores observaron que el fabricante había cambiado la fórmula, y que el nuevo Paraloid contenía menos acrilato de metilo que el antiguo. En el Congreso de la ICC en Washington, en 1982, estos autores⁵⁰ presentaron una comunicación utilizando la misma técnica para analizar resinas de síntesis.

Mills y White⁵¹ publicaron por las mismas fechas un trabajo sobre la aplicación de la espectrometría de masas en la identificación de materiales pictóricos, como aceites secantes, huevo a través de la identificación del colesterol, resinas, barnices y lacas. Tres años más tarde⁵² ampliaron el estudio, presentando los resultados de la investigación de los aglutinantes empleados en once cuadros que cubren un período de seis siglos. Utilizando la GLC/MS identificaron en las obras aglutinantes de pigmentos como el huevo, huevo con aceite, aceite, y aceite con resina. Los mismos autores han publicado regularmente los resultados de los análisis de todos los cuadros analizados en el laboratorio de la National Gallery.

Casoli y col.⁵³ desarrollaron un método para analizar simultáneamente aminoácidos procedentes de material proteico y derivados de los ácidos grasos de los lípidos existentes en las obras. El sistema consiste en una derivación de los productos de hidrólisis con isopropanol y anhídrido trifluoroacético para producir los aminoésteres y ésteres de los ácidos grasos, separándose posteriormente por GLC/MS. Utilizando una fase quiral, estudiaron la racemización de los aminoácidos investigados, encontrando que existe una correlación entre la edad de la pintura y el nivel de racemización del ácido aspártico⁵⁴. El método es una variante mejorada del presentado por Masters y Bada⁵⁵ en el 174 meeting de la ACS de 1977, estos autores comprobaron que había una correlación entre la racemización de varios aminoácidos extraídos de materiales arqueológicos y la edad determinada por el método de radiocarbono. Los aminoácidos estudiados en este caso fueron los ácidos aspártico, glutámico, alanina y leucina, siendo el primero el que daba la mejor correlación. La técnica en este caso fue la formación de los derivados N-trifluoroacetil-L-prolil metil éster y separación por GLC en una columna rellena de SP-2250. Pocos años más tarde se apuntaba la posibilidad de emplear una variante de esta técnica por HPLC en la determinación de la edad de obras de arte⁵⁶.

En 1998 Colombini y col.⁵⁷ presentaron un procedimiento analítico para la identificación de aglutinantes

proteínicos, tipo leche o caseína, huevo y cola animal, en pinturas murales. El método se basa en una hidrólisis ácida de las proteínas y posterior análisis de los derivados por GLC/MS. La innovación que aportan estos autores es la utilización de microondas, lo que acorta el tiempo de hidrólisis.

Es costumbre de muchos museos proteger sus mejores pinturas con unos vidrios, para impedir que actos vandálicos puedan dañarlas. En estos casos se observa muchas veces la formación de la denominada imagen fantasma en el cristal, sobre todo si éste está muy cercano a la tela. Esta imagen está formada principalmente por la condensación de ácido palmítico libre, procedente de la degradación del aceite secante del cuadro. Se ha usado la GLC/MS para analizar la composición de estos condensados⁵⁸. En todos los casos se ha confirmado que el ácido mayoritario es el palmítico, ya que su velocidad de evaporación a temperatura ambiente es aproximadamente cuatro veces superior a la del esteárico. Debido a esta evaporación selectiva se modifica la relación entre el ácido palmítico y el esteárico en el cuadro, obteniéndose resultados más bajos en obras envejecidas que en obras recientes, lo que dificulta en ocasiones la confirmación del aceite secante.

Recientemente se están empleando técnicas como la SPM (metilación pirolítica, Simultaneous Pyrolysis Methylation) que consiste en una pirólisis en presencia de un exceso de agente metilante, en combinación con la GLC/MS, de esta forma pueden identificarse y cuantificarse fácilmente ácidos grasos.

Otra técnica empleada es la espectrometría de masas directa con programación de temperatura en el filamento de la sonda (DTMS, Direct Temperature-Resolved Mass Spectrometry). La gran ventaja que tiene es su alta sensibilidad, que puede llegar al nivel de picomoles, y la rapidez en la obtención de resultados. En un estudio reciente con esta técnica se han podido identificar distintos productos de envejecimiento de resinas dammar y almáciga⁵⁹.

Tradicionalmente se ha utilizado la colofonia y sus derivados como aditivos del papel para hacerlo más resistente al agua y como agente encolante. Papillon y col.⁶⁰ determinan por GLC/MS los ácidos característicos de la colofonia en papel empleado como soporte de obras de arte, llegando a unos niveles de identificación de picogramos. Wang y col.⁶¹ han puesto a punto una metodología para determinar cuantitativamente derivados de la colofonia en papel por RPY-GC (cromatografía de gases con pirólisis reactiva), que por su precisión puede servir de base para futuros estudios de obras de arte sobre papel.

Con la técnica PY-GLC/MS pueden caracterizarse de forma rápida y precisa no sólo materiales orgánicos como ceras y resinas sino también algún pigmento inor-

gánico como el cinabrio, debido a que por degradación térmica se descompone en mercurio volátil que es fácilmente detectado por MS⁶².

El efecto de los disolventes durante la limpieza de los cuadros está siendo objeto de muchas polémicas. White y Roy⁶³ han empleado la GLC-MS y la microscopía electrónica de barrido (SEM) para observar la diferencia entre la limpieza mecánica y por medio de disolventes en los cuadros.

La GLC/MS ha sido también utilizada para la investigación de tintas en documentos de los siglos XIV-XVIII⁶⁴.

7. Técnicas de espacio de cabeza (HS)

En la Universidad de Bolonia⁶⁵ se ha utilizado una técnica conjunta de HS-SPME (microextracción con fibra capilar) y GLC/MS para el estudio de los compuestos volátiles producidos en el proceso de oxidación y degradación de aceites secantes.

TRATAMIENTO MATEMÁTICO DE LOS RESULTADOS - QUIMIOMETRÍA.

Todavía son pocos los trabajos sobre la aplicación de modelos matemáticos para el estudio de los resultados analíticos en la química del arte. Se puede destacar el trabajo de Casoli y col.⁶⁶ que aplicando técnicas de análisis multivariante, intentan encontrar diferencias entre las pinturas murales atribuidas a Vasari y las de Zuccari, localizadas en la cúpula de la catedral de Florencia. El análisis se basó en unas determinaciones GLC/MS de los aminoácidos procedentes de una hidrólisis del material proteínico de las pinturas.

Recientemente el mismo grupo⁶⁷ ha utilizado también las técnicas quimiométricas, como el análisis cluster, para clasificar obras de arte antiguas en función de los análisis GLC/MS de los aminoácidos.

CONCLUSIÓN

De lo publicado hasta el momento y de nuestra experiencia personal podemos llegar a la conclusión de que las técnicas cromatográficas aportan una gran información para los profesionales de la restauración de obras de arte, sobre todo para el análisis de los materiales aglutinantes orgánicos. Gracias a estos resultados el restaurador puede optar por soluciones más correctas en el momento del tratamiento de la obra, que al final será la gran beneficiada.

Las técnicas cromatográficas, como la mayoría de técnicas analíticas son técnicas destructivas, por eso algu-

nos conservadores de museos eran detractores de ellas. Alegaban que lo más correcto sería utilizar una técnica no destructiva. Sin embargo la gran información que aportan compensa en mucho la pequeña cantidad de muestra utilizada para el análisis, normalmente inferior a unos miligramos. Además en muchos casos la cantidad que se emplea es la suprimida en los procesos de restauración, como es el caso de la eliminación de los barnices y repintes. La realidad es que no existe ninguna técnica analítica que sea autosuficiente por sí misma, lo más correcto es utilizar varias complementarias para conseguir el máximo de información.

Otra de las ventajas que aportan las técnicas analíticas es que, con la información obtenida, un museo puede tener su propia base de datos para verificar con gran exactitud la autenticidad o falsificación de una obra de arte. En la actualidad los químicos especializados en el análisis de obras de arte no solamente estudian la composición química de los materiales empleados por un determinado artista, como son los casos de Paul-Émile Borduas⁶⁸, Paul Gauguin⁶⁹ o Alfred Pellán⁷⁰, entre otros, sino que han llegado a estudiar los productos que suministran los proveedores de materiales⁷¹.

Pero frente a tanta información obtenida, y normalmente publicada, se está planteando un problema ético entre algunos científicos que trabajan en el mundo del arte: ¿Es correcto publicar parcial o totalmente los resultados de estos análisis, o por el contrario deben permanecer en el más estricto secreto en los ficheros de los museos?. Desde una óptica puramente científica lo deseable es presentar los resultados para el conocimiento de toda la colectividad científica, pero desde el punto de vista económico el tema puede variar. El mundo del arte mueve actualmente mucho dinero, y algunos autores, como

Lageot⁷², alegan que los falsificadores suelen estar al corriente de la publicación de estos análisis y que los datos aportados sólo pueden servir para mejorar las falsificaciones hasta unos niveles muy difíciles de detectar por las técnicas analíticas empleadas. Para impedir que esto ocurra lo correcto sería publicar las metodías analíticas, y no los resultados, los cuales sólo deberían estar en poder de unas comisiones de expertos. Y aún en este caso se correría el riesgo de que existiesen fugas de información.

Las futuras tendencias en esta área pasarán por un lado en un mayor empleo de la quimiometría para identificar mejor las épocas y los autores, en función de los resultados dados por las técnicas analíticas, y por otro en una mejor utilización de estas técnicas para identificar nuevos materiales sintéticos, que sin dudar ya se están utilizando en las últimas tendencias del arte. La introducción directa de microfragmentos en sistemas GLC o GLC/MS con la utilización de inyectores PTV, o sistemas de extracción con CO₂ en condiciones supercríticas aún no han sido empleadas en el mundo del arte, pero nos consta que no deberemos esperar mucho para ver las primeras publicaciones sobre este tema.

ABREVIATURAS

CCI	Canadian Conservation Institute.
ICCROM	International Centre for Conservation and Restoration of Objects of Museums.
ICOM	International Council of Museums.
IIC	International Institute for Conservation of Historic and Artistic Works.
IRPA	Institut Royal du Patrimoine Artistique.
GCI	The Getty Conservation Institute.

BIBLIOGRAFIA

- Vallance, S. L.; *Analyst*, 122 (1997) 75R-81R.
- Erhardt, D.; Hopwood, W.; Baker, M. Von Endt, D.; AIC Preprints, 16th Annual Meeting, American Institute for Conservation, Washington, (1988) 67-84.
- V.V.A.A. Dossier: L'étude des matériaux anciens, *Analysis*, 24 (1996) M1-M40.
- Mills, J. S.; White, R.; *The Organic Chemistry of Museum Objects*, Butterworth Heinemann, Londres, 2ª ed. 1994.
- Gómez, M.L.; *La Restauración. Examen científico aplicado a la conservación de obras de arte*. Ediciones Cátedra, Madrid, 1998.
- Mills, J.S.; Werner, A.E.A.; *Nature*, 169 (1952) 1064.
- Mills, J.S.; Werner, A.E.A.; *Journal of The Chemical Society*, (1955) 3132-3140.
- Macek, K.; Hamsík, M.; *Umeni* 2 (1954) 58-63, tomado de C.A. 48:7315f (1954).
- Hey, M.; *Studies in Conservation*, 3 (1958) 183-193.
- Kleber, R.; Tricot-Marckx, F.; *Bulletin de l'Institut Royal du Patrimoine Artistique*, 6 (1963).
- Poksinska; Shoeib, Identification of Medium Used in Polychrome Reliefs in Ancient Egyptian Limestone Tomb Dating from the Nineteenth Dynasty (1350-1200 BC) at Saqqara. En Sixth International Congress on Deterioration and Conservation of Stone in Turin, Nicholas Copernicus University, (1988) 446-455.
- Kléber, R.; Masschelein-Kleiner, L.; *Bulletin de l'Institut Royal du Patrimoine Artistique*, 7 (1964).
- Flieder, F.; *Studies in Conservation*, 13 (1968) 49-86.
- Broekman-Bokstijn, M., Van Asperen De Boer, J. R. J., Van Thul-Ehmreich, E. H., y Verduyn-Groen, C. M.; *Studies in Conservation* 15 (1970) 370-400.
- Jelninskaya, Z. M.; *Soobshcheiya*, 26 (1970) 3-23.
- Roelofs, W.; Thin-Layer Chromatography: An Aid for the Analysis of Binding Materials and Natural Dyestuffs for Works of Art. In *ICOM in Madrid, Spain*, ICOM, (1972) 20.
- Masschelein-Kleiner, L.; *Studies in conservation*, 19 (1974) 207-211.
- De Pas, M.; ICOM Committee for Conservation. 4th Triennial Meeting, Venice, 13-18 October: preprints, Paris: ICOM, 1975.

19. Striegel, M.F., Hill, J.; *Thin Layer Chromatography for Binding Media Analysis*. The Getty Conservation Institute. Los Angeles **1996**.
20. Gutiérrez, F.; *Boletín del Instituto Andaluz del Patrimonio Histórico PH*, año 6, nº 24 (1998) 45-51.
21. Keck, S. y Peter, T.; *Studies in Conservation*, 14 (1969) 75-82.
22. Mills, J. S.; *Studies in Conservation*, 11 (1966) 92-107.
23. Stolow, N., Applications of Science in Examination of Works of Art: Proceedings of the Seminar held at the Museum of Fine Arts, Boston September 7-16, 1965, Boston: Museum of Fine Arts, **1967**, 172-183.
24. Stolow, N.; Rogers, G. de W.; Young, W. J. Application of Science in examination of works of art. Proceedings of the seminar: June 15-19, 1970, conducted by the research laboratory, Museum of Fine Arts, Boston, Massachusetts, Boston: Museum of Fine Arts, **1973**, 213-228.
25. Rasti, F.; Scott, G.; *Studies in Conservation*, 25 (1980) 145-156.
26. Friedel, F., Barroso, R. y Oruezabal, C. ICOM committee for conservation. 4th triennial meeting, Venice, 13-18 October. Preprints. Paris: ICOM, **1975**.
27. Delbourgo, S.; Rioux, J.P.; Martin, E.; *Laboratoire de Recherche des Musées de France - Annales*, **1975**.
28. Mills, J.; White, R.; *National Gallery Technical bulletin*, 3 (1979) 2.
29. Mills, J.S. y White, R.; *Studies in conservation*, 22, (1977) 12-31.
30. White, R.; *Studies in conservation*, 23 (1978) 57-68.
31. Sonoda, N. Y Rioux, J. ; *Studies in Conservation*, 35 (1990) 189-204.
32. Derrick, M. Y Stulik, D.; Preprints ICOM Committee for Conservation. 9th triennial meeting, Dresden, **1990**, 9-13.
33. Colinart, S.; *Analisis*, 24 (1996) M31-M34.
34. Roelofs, W., ICOM Committee for Conservation. 4th Triennial Meeting, Venice, 13-18 October: preprints, Paris. ICOM, **1975**, 1-21.
35. Halpine, S.M.; *Studies in Conservation*, 37 (1992) 22-32.
36. Halpine, S.M., Conservation Research 1985: Studies in the Historie of Art, Vol. 51, Monograph Series II, National Gallery of Art, Washington, DC, **1988**, 67-84.
37. Vallance, S.L.; Singer, B.W.; Hitchen, S.M.; Townsend, J.; *LC-GC Int.* 10 (1997) 48.
38. Ronca, F.; *Studies in conservation*, 39 (1994) 107-120.
39. Bueno, J.M.; datos no publicados, (1984).
40. Guichard, V.; Guineau, B.; *Gazette du Livre medieval*, 8 (1986).
41. Nowik, W.; *Analisis*, 24 (1996) M37-M40.
42. Williams, P.A. y Langdon, M.J.; *Chromatogr. Anal.* (1995), Oct/Nov. 5.
43. De la Rie, E.R.; McGlinchey, Ch. W.; *Studies in Conservation*, 34 (1989) 137-146.
44. De la Rie, R. Coloquio sobre "Varnishes: Autenticity and Permanence", Canadian Conservation Institute (CCI), Sept. 19-20, **1994**, Ottawa, Canada.
45. Bueno, J.M.; comunicación oral presentada en la 2as. Jornadas de Aromas en la Industria Alimentaria. Barcelona **1979**.
46. Bueno, J.M.; datos no publicados, **1987**.
47. Quaresima, R, Di Giuseppe, E.; International symposium (II): The oxalate films in the conservation of works of art, Milan. Proceedings, Editeam, Milan, **1996**, 391-406.
48. Modenés, J. y Bueno, J.M.; datos no publicados, **1997**.
49. De Witte, E., Goessens-Landrie, M., Goethals, E.J.; ICOM committee for conservation. 5th triennial meeting, Zagreb, 1-8 Oct. 1978. Preprints. Paris, International Council of Museums, **1978**, 9.
50. De Witte, E.; Terfve, A.; Science and Tecnology in the service of conservation. Preprints of the contributions to the Washington Congress, 3-9 September 1982. London International Institute for Conservation, **1982**, 16-18.
51. Mills, J. y White, R.; *National Gallery Technical bulletin*, 6 (1982) 3-16.
52. Mills, J. y White, R.; *National Gallery Technical bulletin*, 9 (1985) 3-16.
53. Casoli, A.; Musini, P.C. y Palla, G.; *Journal of Chromatography*, 731 (1996) 237-246.
54. Casoli, A. y Palla, G.; *Science and tecnologia for cultural heritage*, 3 (1994) 177-183.
55. Masters, P.M.; Bada, J.L.; Amino Acid Racemization Dating of Bone and Shell, en *Archaeological Chemistry II*, Ed. Giles F. Carter, Advances in Chemistry Series, nº 171, 1978, 117-138.
56. Modenés, J., datos no publicados, UNED, **1984**.
57. Colombini, M.P., Fuoco, R., Giacomelli, A., Muscatello, B.; *Studies in Conservación*, 43 (1998) 33-41.
58. Shilling, M.R., Carson D.M., Khanjian, H.P.; WAAC Newsletter, 21 (1) (1998). Tomado en <http://palimpsest.stanford.edu/waac/wn/wn21/wn21-1/wn21-106.html>
59. Van der Doelen, G.A., Van den Berg, K.J., Boon, J.J.; *Studies in Conservation*, 43 (1998) 249-264.
60. Papillon, M.C., Balcar, N. Gross, C.; Brunel, G.; *Journal of the Canadian Association for Conservation-Journal de l'Association canadienne pour la conservation et la restauration*, 23 (1998) 26-30.
61. Wang, L.; Ishida, Y., Ohtani, H., Tsuge, S., *Analytical Sciences*, 14 (1998) 431-434.
62. Chiavari, G.; Fabbri, D.; Patri, S.; Mazzeo, R.; Bikiaris, D.; Daniilia, S., Chrasoulakis, Y., Analytical pyrolysis: application to the chemical characterisation of Byzantine paintings layers, en *Art 99: 6th international conference on non-destructive testing and microanalysis for the diagnostic and conservation of the cultural and environmental heritage*, Rome, May 17-20, 1999, Istituti centrale per il restauro. Roma, Italia. (1999) 1145-1162.
63. White, R., Roy, A.; *Studies in Conservation* 43 (1998) 159-176.
64. Espadaler, I.; Sistach, M.C.; Caixach, J.; Cortina, M.; Rivera, J.; *Química Analítica*, 13 (1994) 59-62.
65. [Http://www.unibo.it/analitica-gc-ms/Aged-inks-ligands.htm](http://www.unibo.it/analitica-gc-ms/Aged-inks-ligands.htm)
66. Casoli, A.; Fichera, M.; Fifi, A.P.; Musumarra, G., Palla, G.; *Science and technology for cultural heritage*, 7 (1998) 39-47.
67. Aruga, A.; Mirti, P.; Casoli, A., Palla, G.; *Fresenius Journal of Analytical Chemistry*, 365 (1999) 559-566.
68. Moffatt, E.A. y Miller, D.; *Journal of the International Institute for Conservation-Canadian Group*, 19 (1994) 3-14.
69. Leto, E.L., en *Papers presented at the Twentieth Annual Conference of the Association of Graduate Training Programs in Conservation*, Washinton, April 21-23, **1994**, 1-29.
70. Corbeil, M.C., Moffatt, E.A. y Miller, D.; *Journal of the Canadian Association for Conservation*, 22 (1997) 11-30.
71. Sonoda, N y Rioux J-P; *Studies in Conservation*, 35 (1990) 189-204.
72. Lageot, C.; *Annales des falsifications, de l'expertise chimique & toxicologique*, 85 (1992) 299-307.

Amplíe sus horizontes de productividad LC/MS. Agilent Technologies presenta un LC/MSD más potente. Con su fuente iónica ortogonal, obtendrá un sistema de robustez excelente y la sensibilidad más elevada disponible hoy en día. Fácilmente podrá alcanzar niveles de bajos picogramos en análisis de rutina.

Para impulsar la productividad, el nuevo sistema maximiza la información obtenida en cada análisis. Puede realizar de forma cíclica cuatro modos diferentes de análisis sobre la base barrido-a-barrido, todos en la misma inyección. Lo que quiere decir que en el mismo análisis de muestra puede programar adquisición multi-señal, utilizar intercambio de polaridad, valores variables del voltaje del fragmentador y modos simultáneos de operación SIM/scan.

Y la interfase ChemStation facilita la utilización. Para rápida puesta a punto, incorpora sintonía automática y sistema dispensador de calibrante. Además, Mantenimiento Preventivo Asistido y sistemas de diagnósticos y de ayuda en línea, todo respaldado por el sólido Servicio y Soporte de Agilent, una compañía dedicada a innovar el Estilo HP.

www.agilent.com/chem

Para más información, contacte con:
Agilent Technologies,
Centro de Atención al Cliente,
Teléfono: 901 11 68 90

Agilent Technologies
Innovating the HP Way

El GC/MS se ajusta a su organización. Y mejora su línea de fondo.

Agilent Technologies introduce el GC/MS diseñado para ajustarse a su organización, con más capacidades que antes. El Detector Selectivo de Masas Agilent 5973Network ofrece:

- **Más información.** Un nuevo panel local pone la información y el control al alcance del operador. La comunicación del instrumento basada en LAN facilita la consolidación de datos para análisis centralizados.

- **Más productividad.** Con más capacidades innovadoras de software en nuestros fiables sistemas GC/MS, aumentará el tiempo de funcionamiento. Con cuatro modos de operación, la MSD ChemStation Productivity ofrece resultados específicos al laboratorio, más rápidamente.

- **Más opciones.** Ahora dispone de más opciones GC/MS que nunca antes. Consiga sólo lo que necesite hoy en día, y actualícelo en el futuro.

- **Más valor.** Agilent ofrece todo lo que espera de un GC/MS de sobremesa. Además, obtiene control multi-instrumento, mayor rendimiento y excepcional facilidad de uso, para permitir que su operación sea más rentable.

Sobre los detalles, contacte con Agilent Technologies, compañía dedicada a innovar el estilo HP.

www.agilent.com/chem

Para más información, contacte con:
Agilent Technologies,
Centro de Atención al Cliente,
Teléfono: 901 11 68 90

Agilent Technologies

Innovating the HP Way

NOTICIAS DEL GCTA

PRÓXIMA REUNIÓN

La XXX Reunión del GCTA, que tendrá lugar en Valencia del 18 al 20 del próximo mes de abril, constituye una excelente oportunidad para el intercambio de información entre todos aquellos científicos interesados en las Técnicas Cromatográficas y Afines. Versará sobre los aspectos fundamentales, progresos instrumentales y aplicaciones de la cromatografía y otras técnicas relacionadas, y continuará con la tradición que tienen esta serie de Reuniones de constituir un foro para la presentación y debate de los avances instrumentales y científicos más recientes. El programa constará de conferencias plenarios y mesas redondas junto con exposiciones orales y de carteles que harán un especial énfasis en los recientes progresos, tanto teóricos como de todas las áreas de aplicación donde las técnicas cromatográficas juegan un papel importante. Los temas incluidos, aunque no de manera restrictiva, serán los siguientes:

1. Cromatografía de gases.
2. Cromatografía de líquidos.
3. Cromatografía plana.
4. Cromatografía de fluidos supercríticos.
5. Electroforesis capilar.
6. Automatización.
7. Técnicas de preparación de la muestra.
8. Separaciones quirales.
9. Quimiometría.

Así como sus aplicaciones al análisis medioambiental, bioquímico, farmacéutico, alimentario, toxicológico e industrial.

Comité científico

Dra. María Teresa Galcerán, Universitat de Barcelona.

Dr. José Carlos Díez-Masa, CSIC, Madrid.

Dr. Pietro Damiani, Università degli Studi di Perugia, Italia.

Dr. Phillipe Cardot, Université de Limoges, France.

Dr. Jordi Segura, Institut Municipal d'Investigació Mèdica, Barcelona.

Dr. Andreas Manz, University of London, Reino Unido.

Dr. Joan O. Grimalt, CSIC, Barcelona.

Comité organizador

Dr. Jordi Mañes Vinuesa, Universitat de València.

Dr. Juan Carlos Moltó Cortés, Universitat de València.

Dra. Yolanda Picó García, Universitat de València.

Dra. M^a José Medina Hernández, Universitat de València.

Dr. Xavier Guardino Solá, Centro Nacional de Condiciones de Trabajo, Barcelona.

Dr. Salvador Borrós Gómez, Universitat Ramon Llull, Barcelona.

Secretaría técnica

Laboratori de Bromatologia i Toxicologia.

Facultat de Farmàcia. Universitat de València.

Av. Vicent Andrés Estellés s/n.

46100 Burjassot, València, España.

Tels: 96-386 49 58 - Fax: 96-386 49 54.

E-mail: Yolanda.Pico@uv.es.

<http://www.uv.es/cromatografia/GCTA2001>.

Presentación de comunicaciones

Los autores interesados en presentar un cartel o una comunicación oral, deberán enviar un resumen antes del 15 de febrero de 2001. El resumen se enviará preferentemente a través de la página web del congreso (o proporcionando una copia por e-mail o en disquete de 3 1/4"). Los resúmenes serán evaluados por el Comité Científico, quien seleccionará la forma de presentación. Los autores pueden enviar sus contribuciones, en castellano o inglés, utilizando el formulario que se puede encontrar en la página Web del Congreso, o solicitarlo directamente a la Secretaría Técnica.

Los trabajos presentados a la Reunión se publicarán en un número especial de la revista *Journal of Chromatography A* (<http://www.elsevier.nl>).

Becas

El GCTA, junto con organismos y empresas colaboradoras, ofrecerá becas de asistencia a la Reunión. Los requisitos para ser beneficiario de una de ellas son las siguientes, sin exclusión de ninguna de ellas: ser socio del GCTA, presentar al menos una comunicación científica y justificar que no se percibe ninguna remuneración estable mediante carta del director de investigación, quien deberá estar inscrito en la reunión y ser socio del GCTA. La solicitud se dirigirá a la Secretaría de la Reunión por correo, fax o correo electrónico antes del 1 de febrero de 2001.

NOTICIAS DEL GCTA

LA REUNIÓN DE ALCALÁ

LA XXIX REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GRUPO DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES TUVO LUGAR EN ALCALÁ DE HENARES.

La XXIX Reunión Científica del GCTA tuvo lugar en Alcalá de Henares, entre el 12 y el 14 del pasado mes de Julio. La sede de la reunión fue el edificio politécnico del campus universitario de la Universidad de Alcalá. El comité organizador estuvo constituido por María Luisa Marina (presidenta), Mercedes Torre (secretaria) y Concepción García, María Angeles García, Olga Jiménez, Antonio Luis Crego y Carmen García-Ruiz del Area de Química Analítica de la Facultad de Química de la Universidad de Alcalá, y Xavier Guardino, Lluís Comellas y Miguel Angel Cortés, secretario, tesorero y vocal de la Junta Directiva del GCTA, respectivamente. El comité científico estuvo constituido además de por nuestra Presidenta del GCTA, María Teresa Galcerán, y la presidenta del Comité

Organizador, por otros miembros de la Junta Directiva como José Carlos Díez-Masa, Jordi Mañes, Joan Grimalt, Marta Herráiz y Mercedes de Frutos así como por otros científicos que además participaron en el congreso pronunciando diferentes conferencias plenarias.

Las principales características de esta Reunión fueron su intenso programa científico y la amplia respuesta ofrecida tanto por la comunidad científica como por parte de un número importante de empresas. En efecto, además de las seis conferencias plenarias y dos mesas redondas que se celebraron, los cerca de 250 asistentes presentaron un total de 216 comunicaciones, 24 en forma oral y 192 en forma de cartel. Por otra parte, un total de 15 empresas relacionadas con el mundo de la cromatografía participaron en una exposición comercial en la que presentaron sus productos y novedades. Finalmente, en el transcurso de la reunión se celebró la Asamblea Anual del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines.

El Comité Científico de la XXIX Reunión Científica del GCTA. De izquierda a derecha: Jordi Mañes (U.Valencia), Marta Herráiz (IFI, CSIC), Klaus Albert (U.Tübingen), M^a Teresa Galcerán (U.Barcelona), Károly Vekey (Acad. Húngara de

Ciencias), Gees Gooijer (U.Libre de Amsterdam), M^a Luisa Marina, (U.Alcalá de Henares), Shigeru Terabe (Inst. Himeji, Hyogo), J. Antonio García Domínguez (I.Rocasolano, CSIC), Mercedes de Frutos (IQOG, CSIC) y José Carlos Díez Masa (IQOG, CSIC)

La conferencia plenaria que inauguró el congreso estuvo a cargo del profesor Shigeru Terabe del Himeji Institute of Technology, en Hyogo, Japón y versó sobre nuevos métodos de concentración de muestra en el propio capilar para aumentar la sensibilidad de las técnicas de cromatografía electrocinética micelar. La segunda conferencia plenaria fue pronunciada también dentro de la primera jornada del congreso por el profesor Cees Gooijer, del departamento de Química Analítica y Espectroscopía Aplicada de la Universidad Libre de Amsterdam en Holanda. En esta presentación se hizo énfasis en la aplicación de la espectroscopía Raman con fines identificativos en cromatografía de líquidos y electroforesis capilar así como en la detección mediante fosforescencia como alternativa a la detección por absorción en electroforesis capilar. Las dos conferencias plenarias de la segunda jornada del congreso estuvieron relacionadas con la detección por espectrometría de masas en cromatografía. El profesor Károly Vékey de la Academia Húngara de Ciencias de Budapest mostró las posibilidades de este sistema de detección en cromatografía haciendo especial énfasis en sus aplicaciones al análisis de péptidos y proteínas y el profesor Emilio Gelpí del Instituto de Investigaciones Biomédicas (CSIC-IDIBAPS) de Barcelona describió los avances conseguidos en el aumento de la sensibilidad de detección de péptidos biológicos mediante miniaturización en el acoplamiento de la cromatografía de líquidos y la espectrometría de masas. Durante la tercera jornada del congreso, el profesor Klaus Albert del Instituto de Química Orgánica de la Universidad de Tübingen en Alemania pronunció la quinta conferencia plenaria que estuvo dedicada al acoplamiento entre las técnicas de separación y la Resonancia Magnética Nuclear mostrando ejemplos de aplicación del acoplamiento HPLC-RMN y de las grandes posibilidades del acoplamiento de las técnicas de separación capilares (HPLC capilar, electroforesis capilar y electrocromatografía capilar) con este poderoso sistema de elucidación estructural. Finalmente, en esta misma jornada, el profesor José Antonio García Domínguez del Instituto de Química Física Rocasolano del CSIC de Madrid, nos presentó en la que fue la última conferencia plenaria del congreso, los avances para la mejora de la exactitud en la determinación de índices de retención en cromatografía de gases.

De las 24 comunicaciones presentadas al congreso en forma oral, 6 de ellas estaban relacionadas con la temática de alimentos, otras 6 con bioanálisis, 8 con medio ambiente y 4 con aspectos teóricos y de las 192

comunicaciones presentadas en forma de cartel, 53 estaban relacionadas con la temática de alimentos, 58 con bioanálisis, 62 con medioambiente y 19 con aspectos teóricos.

Las dos mesas redondas versaron sobre temas de actualidad e interés para la gran parte de los asistentes al congreso. La primera tuvo como objetivo las separaciones quirales en GC, HPLC y CE y estuvo moderada por Marta Herráiz, Hortensia Iturriaga, Jesús Sanz, Elisa Blanco y María José González y la segunda se centró en los sistemas de detección en columnas capilares para HPLC y CE y fue moderada por José Carlos Díez-Masa, Guillermo Ramis, Damià Barceló y María Teresa Galcerán.

Las 15 empresas que participaron en la exposición comercial fueron Agilent Technologies, Perkin Elmer, Waters Cromatografía, Micromass Instruments, Termo Quest, Merck Farma y Química, Panreac Química, Gomensoro, Teknokroma, Sigma Aldrich Química, Sugelabor, Microbeam, Raytest Ibérica, Konik-tech y Alfaquimia, algunas de las cuales además realizaron contribuciones económicas para sufragar gastos del congreso. Otras empresas que apoyaron económicamente la Reunión fueron Springer-Verlag Ibérica, Sociedad Española de Carburos Metálicos, Sharlab, Coca-Cola España, Banco de Santander, Cepsa y laboratorios farmacéuticos y empresas químicas como Alcalá Farma, Frosst Ibérica, Farmalíder, Química Sintética y Abelló Farmacia.

Además del programa científico, los asistentes pudieron disfrutar de un intenso programa social encaminado a mostrar la ciudad de Alcalá de Henares como el importante centro cultural y turístico que constituye así como a facilitar la confraternización entre los asistentes a la Reunión. Estos actos sociales fueron patrocinados con la ayuda de la propia Universidad de Alcalá, el Excmo. Ayuntamiento de la ciudad de Alcalá de Henares y algunas de las empresas mencionadas anteriormente como colaboradoras del congreso. Entre los diferentes actos celebrados se pueden citar la visita guiada a la Universidad Cisneriana y recinto histórico proclamados Patrimonio de la Humanidad y que finalizó con un vino español en el patio de Los Filósofos en el interior de la Universidad Cisneriana, el concierto de piano ofrecido por Almudena Cano en el Aula de Música de la Universidad de Alcalá con sede en el Colegio de Basilio, y sin abandonar el incomparable marco universitario de la ciudad, la cena del congreso en la Hostería del Estudiante.

María Luisa Marina

NUEVOS SOCIOS

Sanz Jurado, Ramsés
Colón, 87, 1º 2ª
08301 MATARÓ (Barcelona)

Diago Santamaría, María Paz
Dpto. Química-Física, Sec. Materiales
Institut Químic de Sarrià
Via Augusta, 390
08017 BARCELONA

Cano Villalba, Javier
María Auxiliadora, 17
08303 MATARÓ (Barcelona)

Leonís Bosquet, Javier
L'Oblit, 54
08041 BARCELONA

Latorre Fernández, Ana
C.I.D. (CSIC)
Jordi Girona, 13-15
08034 BARCELONA

Martínez Guijarro, Karell
I.I.Q.A.B. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Guillamón Cuadra, Mirian
I.I.Q.A.B. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Farré Urgell, Marinella
I.I.Q.A.B. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Mantilla Pérez, Marco Antonio
I.I.Q.A.B. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Céspedes Sánchez, Raquel
I.I.Q.A.B. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

García Castillo, Mª Jesús
I.I.Q.A.B. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Loos, Robert
I.I.Q.A.B. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Fuguet Jordá, Elisabet
Plaza Jaume el Just, s/n
43815 SANTES CREUS (Tarragona)

Portal Lara, Jorge Alberto
Dpto. Química Analítica
Fac. Química, Univ. Barcelona
Martí Franqués, 1
08028 BARCELONA

Ballesteros Martínez, María
Dpto. Química-Física
Fac. Farmacia, Univ. Granada
Campus Universitario de Cartuja
18071 GRANADA

Sebastián Lopes, Betania
Dpto. Fisiología Vegetal
Fac. CC. Biológicas (UCM)
Av. Complutense, s/n
28040 MADRID

Vidal Escalles, Eduard
INSTITUT QUÍMIC DE SARRIÀ
Via Augusta, 390
08017 BARCELONA

Fernández Quebrada, José
I.I.Q.A.B. (CSIC)
Jordi Girona, 18-26
08034 BARCELONA

Díaz-Maroto Hidalgo, Mª Consuelo
Fac. CC. Químicas
Univ. Castilla-La Mancha
Campus Universitario, s/n
13071 CIUDAD REAL

Oumada, Fadoua Zohra
Dpto. Química Analítica
Fac. Ciencias (UB)
Martí Franqués, 1-11
08028 BARCELONA

Miralles Buraglia, Beatriz
Dpto. Caracterización Alimentos
Inst. Fermentaciones Ind. (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

Gómez Prieto, Mª Salud
Dpto. Tecnologías Sectoriales
Inst. Fermentaciones Ind. (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

pure signal

Identificación de ADN
por debajo de picogramos

Si busca una intensidad de banda superior con el menor ruido de fondo, pruebe la nueva membrana para transferencia de ácidos nucleicos Immobilon™-Ny+. Esta membrana de nylon modificada, reforzada y cargada positivamente está optimizada para mejorar la adsorción y "re-probing" (hibridación y separación de sonda) de ácidos nucleicos.

Immobilon™-Ny+ es ideal para transferencias Southern y hibridación de placas de lisis o colonias. Cuando se comparan con otras membranas de nylon cargado, se produce un incremento del 50% en la intensidad de la señal, que llega a ser 5 veces mejor tras hibridar con 13 sondas consecutivas.

Para recibir más información: teléfono: 917 283 960
e-mail: aplicaciones@millipore.com

Para realizar un pedido: teléfono: 901 109 109,
fax: 913 582 455, e-mail: pedidos@millipore.com

Para más información visítenos en:

www.millipore.com/immobilon

MILLIPORE

pure speed

Para concentrar, purificar y preparar proteínas y otras muestras biológicas de forma rápida y eficaz, utilice los dispositivos de ultrafiltración Ultrafree® con membrana Biomax™ (PES) de alto caudal. Estos dispositivos incorporan un diseño exclusivo con la membrana en vertical para concentrar soluciones sin ensuciamiento de la membrana y sin llegar a la sequedad durante la centrifugación. Concentre la mayoría de sus muestras **hasta 50 veces en sólo 20 minutos***. El concentrado se recupera fácilmente con una pipeta.

*Ultrafree-15 con Biomax-10, 1 mg/ml de BSA

- Dispositivos disponibles para 4 volúmenes: 0,5, 4, 15 y 60 ml, y en un amplio rango de cortes de peso molecular: desde 5K hasta 100K.
- ¡NUEVO! El Ultrafree PF-60 concentra volúmenes iniciales de 60 ml y puede funcionar a presión o por centrifugación.

Para recibir más información: teléfono: 917 283 960
e-mail: aplicaciones@millipore.com

Para realizar un pedido: teléfono: 901 109 109,
fax: 913 582 455, e-mail: pedidos@millipore.com

Para más información visítenos en:

www.millipore.com/ultrafree

MILLIPORE

TEMPUS™ TOF MS

*¡El Sistema GC/MS más rápido!
Proporcionando simultáneamente
cuantificación y caracterización*

ThermoQuest
IN THE COMPANY OF SCIENTISTS™

PRESENTANDO EL
FAST[®] ADVANTAGE
SISTEMA LC/MS[®] ULTRA-RAPIDO

**COMPLETAMENTE INTEGRADO.
DEFINITIVO Y ULTRA-RAPIDO.**

El sistema FAST[®] de ThermoQuest combina lo último en procesamiento de muestras y detección, integrando nuestro nuevo HPLC, Surveyor[™] con cualquiera de nuestros avanzados Espectrómetros de Masas, MS[®]. El Surveyor, proporciona una gran productividad con ciclos de tiempo cortos, alta capacidad de muestras y óptimas prestaciones de la bomba, para cubrir las crecientes demandas en aplicaciones LC/MS[®]. Los Espectrómetros de Masas Finnigan AQA, LCQ[™] DUO, LCQDECA y TSQ[®] proporcionan los más altos niveles de sensibilidad, precisión, fiabilidad

"El nuevo sistema Fast LC/MS[®] puede procesar toda nuestra producción proporcionando una información definitiva de nuestras muestras."

y selectividad alcanzable actualmente. Todo este potencial está controlado, naturalmente, por el versátil sistema de tratamiento de datos Xcalibur[™]. Visítenos www.thermoquest.com

ThermoQuest

IN THE COMPANY OF SCIENTISTS[™]

www.thermoquest.com

MADRID: Avda. de Valdelaparra, nº 27 28108-Alcobendas
Tel . 91 657 4930
Fax 91 657 4937

BARCELONA: C/. Acero, nº 30-32 08038-Barcelona
Tel . 93 223 0918
Fax 93 223 0982

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

I Reunión Nacional sobre "Dioxinas, Furanos y Compuestos Orgánicos Persistentes Relacionados"

Se celebrará en Madrid, durante los días 18 y 19 de octubre de 2001, en el salón de actos del CSIC. En la reunión se discutirán los diferentes aspectos relacionados con los contaminantes orgánicos persistentes, con especial interés en las policlorodibenzo-p-dioxinas y furanos. Esta reunión servirá como preámbulo al 22th International Symposium on Halogenated Environmental Organic Pollutants & POPs (Dioxin 2002), que se celebrará en Barcelona, del 30 de septiembre al 4 de octubre de 2002. La Reunión constituye una excelente oportunidad para el intercambio de información entre todos aquellos científicos interesados en este tipo de compuestos.

Programa científico

Constará de conferencias plenarios y mesas redondas, junto con sesiones de comunicaciones orales y de carteles que harán un especial énfasis, aunque no de manera restrictiva, en los siguientes temas:

1. Análisis. Preparación de muestras.
2. Niveles medioambientales.
3. Exposición en humanos
4. Evaluaciones de riesgos.
5. Comportamiento. Bioacumulación.
6. Niveles en alimentos. Ingestas.
7. Formación, fuentes y remediación.
8. Toxicología.
9. Contaminantes orgánicos persistentes (POP's).
10. Modelos de comportamiento.

Comité organizador:

Presidencia

Dra. María José González (IQOG, CSIC)
Dr. Josep Rivera (IIQAB, CSIC)

Secretario

Dr Mario Fernandez (IQOG, CSIC)

Vocales

Dra. Begoña Jiménez (IQOG, CSIC)
Dra. Lourdes Ramos (IQOG, CSIC)
Miguel A. Concejero (IQOG, CSIC)
Belén Gómara (IQOG, CSIC)
Dr. Josep Caixach (IIQAB, CSIC)
Dra. Ethel Eljarrat (IIQAB, CSIC)

Dr. Esteban Abad (IIQAB, CSIC)
Begoña Fabrellas (CIEMAT)
Paloma Sanz (CIEMAT).

Secretaría técnica:

Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental

Instituto de Química Orgánica General
Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Juan de la Cierva 3. 28006-Madrid
Teléfono: 91-562 29 00 ext 236 ó 239
Fax: 91-564 48 53 ó 91 562 18 29
E-mail: mario@iqog.csic.es
<http://www.iqo.csic.es>

Inscripción

Se invita a todas aquellas personas interesadas en participar en la reunión, a rellenar el boletín de inscripción adjunto y enviarlo por correo o fax a la Secretaría técnica de la Reunión, antes del 15 de abril de 2000. Alternativamente, pueden utilizar el correo electrónico o la página Web mencionada, indicando si se está interesado en asistir, y en el caso de que se desee presentar alguna comunicación, proporcionando la siguiente información:

1. Propuesta de contribución científica (cartel o presentación oral).
2. Filiación y tema en el que se incluiría su comunicación.

Antes del 15 de mayo se enviará la segunda circular a las personas interesadas, donde se detallará el programa científico, incluyendo: normas de presentación y formato para enviar las contribuciones científicas, fecha límite de presentación de los resúmenes, tasas y formas de pago de inscripción, alojamiento y conferenciantes invitados.

* * *

Pittcon 2001

La próxima Reunión de Pittsburg tendrá lugar en Nueva Orleans, del 4 al 8 de marzo de 2001.

Se puede obtener más información en:

The Pittsburg Conference,
300 Penn Center Blvd
Pittsburg, PA 15235, USA
Fax: +1 412 825 3224

Correo electrónico: pittconinfo@pittcon.org

**I REUNIÓN NACIONAL SOBRE "DIOXINAS, FURANOS Y OTROS COMPUESTOS ORGÁNICOS
PERSISTENTES"**

(Madrid, 18 y 19 de octubre de 2001)

Boletín de inscripción preliminar (cumplimentar y enviar antes del 28-2-2001)

Nombre y apellidos

Centro de trabajo o Empresa.....

Dirección.....

Ciudad.....

Teléfono Fax E-mail

Estoy interesado en presentar una comunicación Oral Cartel

(título provisional).....

.....

encuadrada en el tema.....

Secretaría Técnica de la I REUNIÓN NACIONAL SOBRE "DIOXINAS, FURANOS Y OTROS COMPUESTOS
ORGÁNICOS PERSISTENTES"

Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental
Instituto de Química Orgánica General
Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Juan de la Cierva 3. 28006-Madrid

Cortar, doblar por la línea de puntos y enviar

Turbochrom Cliente/Servidor.

El líder mundial en procesamiento de datos cromatográficos.

El estándar en procesamiento de datos

Conecte sus laboratorios con un sistema para el control integral de sus cromatógrafos.

Su laboratorio cromatográfico se podrá beneficiar con el Turbochrom cliente/servidor, del más poderoso sistema de procesamiento de datos, el más implementado y reconocido estándar industrial.

El Turbochrom presenta la suficiente flexibilidad para integrar y soportar al mismo tiempo todos sus instrumentos cromatográficos: HPLC y GC, independientemente de la marca de los mismos.

La arquitectura Windows NT utilizada por el Turbochrom permite la transferencia de métodos y datos analíticos. Podemos efectuar todo tipo de cambios con extrema facilidad mediante el audit trail y la firma electrónica.

Utilizando el editor de configuraciones el administrador del sistema establece el diálogo necesario para establecer el control y optimizar las prestaciones del programa.

Usted ahorrará una cantidad importante de su tiempo utilizando las representaciones en tres dimensiones que le facilitarán la identificación de principios activos y además el programa de validación le facilitará automáticamente los criterios de IQ/OQ.

Estas son algunas de las razones que han hecho que el Turbochrom cliente/servidor, se haya convertido en la primera opción de todos los laboratorios cromatográficos.

Es el único sistema de procesamiento de datos cromatográficos con la asistencia de servicio y soporte facilitada por PerkinElmer a nivel mundial.

Turbochrom offers convenient 3-D plotting

Turbo LC Plus™ System

TurboMass™ GC Spectrometer

Conéctese.

Tel: 902 10 30 40
Fax: 902 10 30 34

www.perkinelmer.com

PerkinElmer is a registered trademark and Turbochrom, TurboMass, and Turbo LC Plus are trademarks of affiliates of PerkinElmer LLC. Windows NT is a registered trademark of Microsoft Corporation.

PerkinElmer™
instruments.

INFORMACIONES

ExTech® 2001: 3rd Symposium on Advances in Extraction Technologies

Tendrá lugar en Barcelona, del 17 al 19 de septiembre de 2001. Está organizado por R. Alzaga y J. M. Bayona, del Instituto de Investigaciones Químicas y Ambientales del CSIC (IIQAB).

Versará sobre técnicas de preparación de muestras incluyendo métodos de enriquecimiento rápidos y selectivos. Se contemplarán nuevos sorbentes para extracción en fase sólida y microextracción, así como novedades en técnicas, analitos y aplicaciones.

En el comité científico figuran J. M. Bayona (IIQAB-CSIC), M. C. Hennion (ESPCI, Francia), A. Malik (University South Florida, USA) y J. Pawliszyn (University of Waterloo, Canada).

Se puede obtener más información escribiendo a:

Dr. Roberto Alzaga

IIQAB-CSIC

Jordi Girona 18

08034 Barcelona

Tel: +34 93 400 61 19

Fax: +34 93 204 59 04

Correo electrónico: ramqam@cid.csic.es y jbtqam@cid.csic.es

Web: <http://www.iiqab.csic@extechcat.htm>.

* * *

VIIth International Symposium on Drug Analysis "Drug Analysis 2002"

Organizado por la Belgian Society of Sciences, tendrá lugar en Brujas, Bélgica, del 21 al 25 de abril de 2002, presidido por el Prof. Dr. Willy Baeyens, de la Universidad de Gante.

Para más información, escribir a:

Orga-med Congress Office

Mr. Peter Erard, Project Manager

Essenestraat 77, B - 1740 Ternat (Bélgica)

Fax: +32- 9- 264 81 96

E-mail: willy.baeyens@rug.ac.be

web: www.allserv.rug.ac.be/~elsmet/conferences.html

* * *

10th Symposium on Handling of Environmental and Biological samples in Chromatography

Tendrá lugar en Mainz/Wiesbaden, del 1 al 4 de abril de 2001.

Se puede obtener más información escribiendo a: M. Frei-Hausler.

IAEAC Secretariat

P.O. Box 46, 4124 Allschwill 2, Suiza

Fax: +41 61 482 0805

* * *

24th International Symposium on Capillary Chromatography and Electrophoresis

Tendrá lugar en Las Vegas, Nevada, del 20 al 24 de mayo de 2001

Se puede obtener más información escribiendo a:

Dr. Milton Lee

Department of Chemistry and Biochemistry

Brigham Young University

Provo, UT 84602-5700 USA

Fax: +1 801 378 9357

Correo electrónico: Milton_Lee@byu.edu

* * *

International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and related techniques: HPLC 2001

Tendrá lugar en Maastricht, Holanda, del 17 al 22 de junio de 2001.

Se puede obtener más información en:

Symposium Secretariat HPLC 2001

P.O.Box 1558

6501 BN Nijmegen, Holanda

Fax: +31 24 360 1159

E-mail: hplc.2001@congres.net

* * *

HTC-7: 7th International Symposium on Hyphenated techniques in Chromatography and hyphenated Chromatography analyzers

Tendrá lugar en Brujas, del 6 al 8 de febrero de 2002.

Para más información, escribir a:

HTC-7 Congress Secretariat

Ordibo bvba

Lucas Hennickstraat 18,

B-2610 Wilrijk, Bélgica

Fax: +32 58 51 45 75

E-mail: htc@ordibo.be

Web: <http://www.ordibo.be/htc>.

EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- AGILENT TECHNOLOGIES
SPAIN, S.L.
Ctra. N-VI, km 18,200
28230 LAS ROZAS (Madrid)
- HUCÖA ERLOSS, S.A.
Avda. Manoteras, s/n, calle 3
Edificio Esindus - 28050 MADRID
- PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.
Avda. Universitat Autónoma, 3A
Parc Tecnològic del Vallés
08290 CERDANYOLA (Barcelona)
- THERMO QUEST, S.A.
Grupo Thermo Instruments
Valdelaparra, 27 - Edif. Alcor, 2ª planta
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.
Entenza, 24
08015 BARCELONA

ASOCIADAS

- AL AIR LIQUID ESPAÑA, S.A.
Paseo de la Castellana, 35
28046 MADRID
- ALFAQUIMIA, S.L.
Santa Engracia, 43
28010 MADRID
- GOMENSORO, S.A.
Aguacate, 15
28044 MADRID
- IZASA, S.A.
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- KONIK-TECH, S.A.
Ctra. de Cerdanyola, 73
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)
- KONTRON, S.A.
Salvatierra, 4
28034 MADRID
- INGENIERÍA ANALÍTICA, 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)
- MICROMASS INSTRUMENTS, S.A.
Roger de Flor, 180
08013 BARCELONA
- MILLIPORE IBÉRICA, S.A.
Avda. Llano Castellano, 13
28034 MADRID
- SCHARLAB, S.L.
La Jota, 86
08016 BARCELONA
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CARBUROS METÁLICOS
Plaza de Cronos, 5
28037 MADRID
- S.I.A. Enginyers, S.A.
Llacuna, 162
08018 BARCELONA
- SUGELABOR
Sicilia, 36
28038 MADRID
- TEKNOKROMA
Camí de Can Calders, 14
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- VARIAN-IBÉRICA, S.L.
Avda. Pedro Díez, 25, 3º
28019 MADRID
- VERTEX TECHNICS, S.L.
Comercio, 12-14 bajos
08902 HOSPITALET DE LLOBREGAT
(Barcelona)

De nuestras empresas colaboradoras

Nota técnica

Pipetas de microabsorción para preparación de muestras en MS

Antonio J. Hernanz Plaza
Lcdo. en CC. Biológicas
Millipore Ibérica, S.A.

El creciente aumento en la investigación de complejos proteicos en células y tejidos, ha originado numerosos avances en la instrumentación de espectrometría de masas -MALDI TOF- (MS).

Al trabajar con volúmenes $<2\mu\text{l}$ (MALDI TOF) y en muchos casos con niveles de detección $<100\text{ fmol}/\mu\text{l}$ es necesaria una purificación previa de la muestra, y dispositivos sin volumen muerto con microrrellenos de $0.6\mu\text{l}$ a $0.2\mu\text{l}$ de resina cromatográfica y máxima capacidad de absorción.

Micropipetas ZipTip

Debido a esta serie de factores anteriormente expuestos, Millipore ha desarrollado unas micropipetas (ZipTip) de $10\mu\text{l}$ de volumen, con $0.6\mu\text{l}$ - $0.2\mu\text{l}$ de resina cromatográfica inmovilizada en su extremo mediante un polímero, usadas para purificar y concentrar muestras hasta volúmenes finales de $2 - 4\mu\text{l}$.

Elución en gradiente de un digerido en gel de IgG, para incrementar la sensibilidad y disminuir el efecto de supresión de picos que origina fragmentos de péptidos mayores. El espectro permite una ionización completa de la proteína. El espectro se obtuvo con MALDI (PEBiosystems Voyager-DE Biospectry Workstation)

6XHis recombinante de proteína DHFR. *E. coli* conteniendo 6XHis recombinante de proteína DHFR se expresó mediante QIAexpress system. Las células se incuban durante 6 horas con 1mM de IPTG, con posterior lisis en 8M de Urea, 0.1 M NaH₂P0₄, 0.01 M Tris-HCl, pH 8.0. Espectro obtenido tras limpieza con ZipTip MC C4 mediante MALDI-TOF MS, de todo el perfil de la proteína a partir de 10 µl de cultivo lisado de *E. coli*. La misma muestra purificada mediante ZipTip MC (inferior) muestra un dímero (46497 m/z) y especies con carga 2+ a (11638 m/z) de la proteína recombinante. Espectro obtenido con Voyager-DE Biospectrometry Work station de PE Biosystems,

Aplicaciones de las micropipetas ZipTip

La pipetas llevan los siguientes rellenos: C18, µC18, C4, AX (intercambio aniónico), MC (metal quelato).

Pipetas ZipTip C18, µC18 y C4, empaquetadas con sílica para concentración, purificación, fraccionamiento de péptidos complejos y proteínas. La muestra, normalmente extraída mediante digestión enzimática en gel es aspirada a través de la micropipeta realizando la absorción, lavado y elución en un tiempo de 60 sg, eluyendo la muestra sobre la placa de MALDI o vial. Libre de contaminantes y en solventes compatibles con el sistema de análisis (50% ACN o MeOH/0.1 TFA/ Agua MiliQ) o en la matriz de MALDI en la solución de elución.

Pipetas de ZipTip de intercambio Aniónico (AX)

para purificación y eliminación de detergentes no iónicos en oligonucleótidos, péptidos, proteínas.

Para completar la gama de aplicaciones se han introducido las pipetas de afinidad ZipTip MC de metal quelato que presentan afinidad por iones metálicos como: Cu, Fe, Al, Ga, Zn y Ni.

Las pipetas MC se usan para el enriquecimiento de fosfopéptidos obtenidos de la digestión de proteínas, proporcionando un espectro mejorado que permite la caracterización de fosfopéptidos.

La absorción se basa en la unión reversible del complejo formado entre el grupo fosfato y ciertos iones metálicos a unas condiciones de pH 2,5-5,0 y posterior elución a pH alcalino >7

Conclusiones

El uso de las pipetas ZipTip representa un sistema flexible y fácilmente automatizable para la preparación de péptidos, proteínas y oligonucleótidos analizados mediante espectrometría de masas, completándose el rango de las posibles aplicaciones con el desarrollo progresivo de nuevos rellenos cromatográficos que completan a los ya existentes.

Compromiso de Calidad

Distribuidor en España de DIONEX
líder en *cromatografía iónica*

AHORA... NUEVO SUMMIT,
EL HPLC DE **DIONEX**

Bombas de Gradiente
Autoinyectores
Detectores UV-VIS
Detectores Diodo Array

SOFTWARE Chromeleon
El software para
cromatografía más potente

Incluido en el nuevo catálogo gratuito de
Análisis y Técnicas preparativas VERTEX.

VERTEX Technics, S.L.

Barcelona 93 223 33 33 · Madrid 91 367 51 51 · Bilbao 94 447 19 99 · Valencia 96 348 90 92 · A Coruña 981 81 46 15

93 223 22 20 atencion.cliente@vertex.es · S.A.T. Asistencia Técnica 93 331 00 31

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 2001: 5.600 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 Código postal
Calle núm.
 Industria u organización
..... Ciudad Código postal
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

Agilent Technologies

Innovating the HP Way

AGILENT TECHNOLOGIES ANUNCIA LA EXPANSIÓN EN LA FABRICACIÓN DE MICROARRAYS DE ADN

Nueva fábrica diseñada para producir por encima de un millón de microarrays por año. Agilent Technologies Inc. anunció recientemente la apertura de una nueva fábrica de microarrays de ADN dentro de sus oficinas de Santa Clara, California. La fábrica está diseñada para aumentar significativamente la capacidad de la producción actual de Agilent, lo que le permitirá entregar más de un millón de microarrays de ADN por año, en 2002. La expansión acomodará la demanda en aumento de los productos del sistema de expresión genética de Agilent, utilizados por los científicos dedicados al campo genómico y farmacéutico, para la investigación de enfermedades y del descubrimiento de fármacos.

“Hemos estado experimentando un significativo aumento de pedidos relacionados con toda nuestra tecnología de biociencia, de más de tres veces los recibidos hace un año”, comentó Bill Buffington, vicepresidente y director general del departamento de Biociencia de Agilent. “Nuestra actual capacidad de producción en la fábrica de Palo Alto no será capaz de mantener el ritmo de pedidos, por ello estamos expandiéndonos para cumplir la demanda esperada de nuestros microarrays personalizados”.

Recientemente, Agilent anunció la formación de un nuevo departamento de Biociencia para direccionar mejor la demanda creciente de sus productos de éste área, ya que los recientes avances en la investigación genómica han creado una demanda sin precedentes de productos prácticos, de coste eficaz e integrados. Organizando sus departamentos de ventas, marketing e investigación enfocados hacia una unidad de Biociencia, Agilent pretende aprovechar todas sus oportunidades en los mercados farmacéutico, agrícola, genómico y académico.

Agilent Technologies en la Expresión Genética

Agilent Technologies es un suministrador líder de soluciones que incluyen servicios de consulta, software informático y herramientas para el análisis de expresión genética, un área de estudio en rápido crecimiento que permite a los investigadores identificar los hechos reguladores de transcripción de genes clave o rutas asociadas con enfermedades o biología. Los investigadores pueden

realizar rápida e interactivamente hipótesis dirigidas a la investigación de expresión genética determinando por primera vez sus objetivos de investigación y habiendo desarrollado microarrays diseñadas personalizadas por Agilent para ser entregadas en unos días. Agilent es también un fabricante líder de equipos originales de bioanalizadores y scanners de microarrays de alta calidad. Agilent soporta los esfuerzos de colaboración en la investigación de la National Human Genome Research Institute (NHGRI) y otras, para analizar los amplios modelos de genomas de expresión de mRNA, y está dirigido activamente a modelos de datos abiertos para investigación de expresión genética, en alianza con Rosetta Inpharmatics Inc.

Agilent Technologies

Agilent Technologies es una compañía de tecnología diversa con 46.000 empleados al servicio de sus clientes en más de 120 países, Agilent Technologies es líder global en el diseño y la fabricación de instrumentos, sistemas y soluciones para prueba, medida y monitorización, así como componentes ópticos y semiconductores. En el año fiscal 1999, Agilent obtuvo unos ingresos netos de más de 8,3 millardos de dólares. La compañía está introducida en mercados de comunicaciones, electrónica, biociencia y cuidados de la salud.

Puede encontrar información sobre Agilent Technologies en la Web: www.agilent.com.

AGILENT TECHNOLOGIES ANUNCIA LA FORMACIÓN DE UN NUEVO DEPARTAMENTO DE BIOCIENCIA

Agilent Technologies Inc. anunció recientemente la formación de un nuevo departamento de Biociencia (Life Sciences Business Unit: LSBU) dentro de su Grupo de Análisis Químico (Chemical Analysis Group" CAG) para abordar mejor la creciente demanda de sus productos de biociencia. La nueva LSBU proporcionará soluciones más completas y más rápidas para las medidas genómicas, químicas y bioquímicas, áreas de microfluidos, informática y otras del campo analítico a su base de clientes, en aumento, del mercado farmacéutico, agrícola, genómico y académico. El CAG de Agilent constará a partir de ahora de dos departamentos: biociencia y soluciones químicas.

El nuevo departamento estará dirigido por Bill Buffington, que será vicepresidente y director general de la LSBU de Agilent y reportará directamente a Rick Kniss, vicepresidente senior y director general de Agilent.

“Los esfuerzos de investigación farmacéuticos, agrícolas y académicos en esta “era de genoma”, han creado una demanda sin precedentes por parte de los clientes de productos prácticos, de costes efectivos e integrados que aceleran la investigación de las enfermedades y de proceso de descubrimiento de fármacos, ofreciendo una oportunidad única para Agilent. Vemos este cambio como fundamental para los planes de Agilent de ser un líder en los mercados de biociencia”, comentó Rick Kniss, vicepresidente senior y director general del Grupo de Análisis Químico de Agilent. “Organizando nuestros grupos de I+D, marketing y de ventas en un departamento enfocado en la Biociencia, podemos aprovechar las oportunidades de los mercados de biociencia y farmacéutico para una mayor velocidad y agilidad”.

“También tenemos una excelente posición en nuestros tradicionales mercados químicos, de proceso de hidrocarburos y medio ambiente, en los que somos uno de los líderes en sistemas analíticos como LC, LC-MS, GC, GC-MS e ICP-MS”, comentó Kniss. “Nuestros clientes de estos mercados son extremadamente importantes para nosotros, y la formación de nuestro departamento de Biociencia también nos permitirá la utilización de nuevas herramientas en el análisis químico y medioambiental. Por encima de todo, creemos que estos cambios nos permitirán mejorar la excelencia operacional del CAG y, con ello, acelerar nuestro crecimiento y beneficios”.

El nuevo departamento de Biociencia del CAG ofrecerá soluciones integradas para el mercado que incluirán productos como microrrays de ADN, soluciones informáticas y microfluidos para laboratorio sobre un chip, además de instrumentos HPLC, LC-MS y CE y sistemas de datos.

Agilent Technologies en el mercado farmacéutico

Agilent Technologies es un reconocido suministrador líder de instrumentos y soluciones de software de alta calidad, como cromatógrafos de líquidos y espectrómetros de masas, para el control de calidad y desarrollo de medicamentos de la industria farmacéutica. Actualmente Agilent está promoviendo su situación en la cadena de valor farmacéutica, proporcionando herramientas a científicos que trabajan en los campos de enfermedades y descubrimiento de fármacos. Dentro de estos campos, Agilent está específicamente orientado a la investigación de expresión genética, genotipos, monitorización y proteómica con tecnologías de nanoescala, como herramientas para laboratorios sobre un chip de microrrays y microfluidos, acopladas con software informático sofisticado. Los científicos farmacéuticos pueden ahora utilizar soluciones más rápidas, más flexibles, menos costosas, con mayor rendimiento y promover modelos industriales.

Puede encontrar información sobre Biociencia de Agilent en la web, www.chem.agilent.com/scripts/phome.asp

Agilent Technologies

Agilent Technologies es una compañía de tecnología diversa, resultante del plan de Hewlett-Packard de realineamiento estratégico en dos compañías completamente independientes. Con 46.000 empleados al servicio de sus clientes en más de 120 países, Agilent Technologies es líder global en el diseño y la fabricación de instrumentos, sistemas y soluciones para prueba, medida y monitorización, así como componentes ópticos y semiconductores. La compañía está introducida en mercados de comunicaciones, electrónica, biociencia y cuidados de la salud. En el año fiscal 1999 las unidades de negocio que constituyen Agilent, entonces subsidiaria de HP, generaron unos ingresos netos de más de 8,3 millardos de dólares.

Puede encontrar información sobre los productos y servicios para análisis químico de Agilent en la web, www.agilent.com.

División de Análisis Químicos de Agilent

La División de Análisis Químico de Agilent, con central en Palo Alto, California, es un suministrador líder de soluciones para medida y tratamiento de la información de análisis químico, así como servicios y soporte, columnas y consumibles, para laboratorios tanto de la industria como de la administración pública y dedicados a la enseñanza. El grupo dispone de 3.750 empleados en todo el mundo y obtuvo unos ingresos netos de más de un millardo de dólares en el año fiscal de 1999.

Agilent Technologies
Grupo de Análisis Químico
Ctra. N-VI, Km 18.200
28230 Madrid

Waters

SISTEMAS HPLC WATERS BREEZE

Nueva línea de equipos para HPLC Waters Breeze: Robustez, Versatilidad y Fiabilidad al precio más asequible del mercado.

Waters ha lanzado al mercado recientemente la nueva línea de equipos para HPLC Breeze en cuyo diseño han primado criterios de robustez, adaptabilidad, fiabilidad y facilidad de uso a un precio extremadamente competitivo.

WATERS PRESENTA LOS NUEVOS CUADERNOS DE APLICACIONES DE LOS CARTUCHOS OASIS, PARA EXTRACCIÓN DE MUESTRAS.

Nuevo cuaderno de aplicaciones Oasis, en medio ambiente

Waters acaba de publicar el nuevo cuaderno de aplicaciones Oasis, en medio ambiente en el que se describen 27 aplicaciones para 113 compuestos (alteradores endocrino, herbicidas, fungicidas y pesticidas), utilizando los rellenos Oasis, HLB, MCX y MAX.

El cuaderno incluye cromatogramas con descripciones detalladas de los procedimientos de HPLC, GC/MS y LC/MS y las estructuras de los compuestos. Describe también la lista completa de los productos que componen la familia Oasis, de productos para preparación de muestras con sus instrucciones de uso.

Los sistemas Breeze están constituidos por un módulo de bombeo que contiene una o dos bombas, según se requiera trabajar en isocrático o en gradientes, un inyector manual o automático, el detector o detectores necesarios para la aplicación a realizar: UV-Vis, Fluorescencia, Índice de refracción, ... y el programa Breeze para el control del sistema y tratamiento de los datos cromatográficos. El rango de trabajo del sistema de bombeo, de 0 a 10 mL/min, permite realizar separaciones a escala analítica y semipreparativa. Los componentes del sistema se controlan mediante el programa Breeze a través de una estación de trabajo basada en un ordenador personal. El programa Breeze además de permitir el control de los distintos parámetros del equipo HPLC, realiza también la adquisición de datos y el cálculo e impresión de resultados, tanto en LC como en GPC. Una de las características fundamentales del programa Breeze es la facilidad de manejo al estar basado en una interfaz gráfica altamente intuitiva.

Después de la introducción de la línea de sistemas Alliance® y el programa Millennium³²®, en los que el objetivo del diseño es eliminar cualquier limitación tecnológica para poder afrontar con éxito cualquier aplicación de la HPLC por exigente que ésta sea - como los gradientes complejos a pocos μ L/min necesarios en LC/MS o gradientes rápidos para columnas cortas a varios mL/min, o la posibilidad de realizar inyecciones desde viales convencionales de 2 mL o cualquier formato de placas de pocillos mediante el inyector XYZ, por citar dos ejemplos - Waters se impuso desarrollar un nuevo sistema HPLC para mejorar las prestaciones de los equipos cromatográficos destinados a las aplicaciones más comunes de la técnica, dónde las posibilidades de trabajo de los sistemas Alliance-Millennium³² pudieran quedar sobredimensionados respecto a las necesidades reales de las aplicaciones o el entorno. El resultado son los nuevos equipos Breeze, en los que se combinan las más altas especificaciones, versatilidad y robustez que siempre han caracterizado los sistemas HPLC Waters, con precios extremadamente competitivos.

Nuevo cuaderno Oasis, de aplicaciones farmacéuticas

Waters acaba de publicar el nuevo cuaderno Oasis, de aplicaciones farmacéuticas en el que se describen 57 aplicaciones para 90 compuestos conocidos (ácidos, básicos y neutros) en el campo farmacéutico, utilizando los rellenos Oasis, HLB, MCX y MAX.

El cuaderno incluye cromatogramas con descripciones detalladas de los procedimientos de HPLC y LC/MS y las estructuras de los compuestos. Describe también la lista completa de los productos que componen la familia Oasis, de productos para preparación de muestras con sus instrucciones de uso.

Nuevos cartuchos preparativos Waters para purificaciones de alto rendimiento.

Waters acaba de lanzar al mercado una nueva línea de cartuchos preparativos para purificaciones de alto rendimiento empaquetados con rellenos XTerra y Symmetry de 5 y 7 μ m de tamaño de partícula, tanto en C8 como C18.

Estos cartuchos están disponibles con diámetros internos de 7,8 y 19 mm, y su longitud es de 10 mm. Han sido diseñados para efectuar rápidas purificaciones de alto rendimiento o bien para ser utilizados como precolumnas de alta eficacia para columnas preparativas de mayores dimensiones.

Puede obtener más información en la página web de Waters www.waters.com, en c.shop.waters.com, o llamando a los teléfonos 93.600.93.00 ó 91.203.91.00.

KONIK - TECH®

KONIK 2000: INNOVACIONES EN CROMATOGRAFÍA Y ESPECTROMETRÍA DE MASAS

Como fruto de la actividad investigadora e innovadora a lo largo de más de 20 años, Konik-Tech ha conseguido un alto nivel de especialización en el diseño, fabricación y comercialización de equipos de cromatografía y espectrometría de masas y todas las múltiples tecnologías que subyacen en éstos.

Los cromatógrafos y espectrómetros de masas Konik se diseñan y construyen en nuestro país bajo el sistema de calidad ISO 9001. Algunas de las innovaciones que han presentado durante el año 2000 son las siguientes:

Konik HRGC 4000 B Peak Power. Cromatógrafo de gases de especificaciones inigualadas:

- Inyector estanco con septum frío (sin purga de septa): ahorro de portador. Garantía de integridad (muestras lábiles). Prevención de discriminación de volátiles. Ausencia de retrodifusión de humedad ambiental.
- Horno estable a 0,1°C: máxima reproducibilidad de tiempos de retención. Mejor cualitativo. Baja inercia térmica. Enfriamiento ultra-rápido.

- Programadores digitales de presión (EPC) y flujo másico de gases (EMC): óptimo cuantitativo y máxima reproducibilidad y comodidad de uso.
- Programación simultánea de flujos y temperaturas: resolución ultra-rápida. Mínimo tiempo total de análisis.
- Cromatografía multidimensional: admite 6 válvulas. Soluciones únicas para petróleo y derivados (gases de refinería, gas natural, destilación simulada...).
- Cromatografía de procesos: en planta o laboratorio. En tuberías o a pie de reactor. Totalmente automatizado.

HPLC Isocrático Konik Kis 20 HPLC o gradientes binarios KGS-20 HPLC. La solución óptima para su laboratorio al mejor precio.

- Con detector UV-VIS y válvula de inyección totalmente integrado controlado por computador.
- Automuestreador opcional.

Innovador inyector automático multimodo Konik K-Mas5. Robot que puede ser configurado a voluntad en menos de 5 minutos para 6 modos operativos. Un simple y rápido cambio de agujas y accesorios lo convierten en:

- espacio de cabeza estático (Head Space): para el análisis de residuos de disolventes y de monómeros, alcoholemia,
- espacio de cabeza dinámico con enriquecimiento (purga y trampa): para el análisis de compuestos orgánicos volátiles en aguas y suelos,
- micro-extracción con fases sólidas: mediante microfibras convencionales,
- desorción térmica programada: para el análisis de aire, higiene industrial, grandes volúmenes, y
- muestras líquidas tanto en HRGC como en HPLC compatible con cualquier cromatógrafo del mercado.

El sistema efectúa adición de reactivos, patrones, disolventes, micro-concentración, secado, agitación, calefacción y enfriamiento de viales, inclusive de la bandeja.

La adición de un segundo brazo opcional le convierte en una estación de micro-química idónea para preparación e introducción de muestras a cualquier HRGC, HPLC y/o masas.

Sistema combinado de HRGC/HPLC-Masas Konik K-MASS11 que incorpora opcionalmente:

- Fuente para acoplamiento HRGC: permite ionización por impacto electrónico e ionización química. Iones positivos y negativos. En el modo IQ (-) es el sistema más sensible del mercado.
- Fuente para acoplamiento HPLC: optimizada para ionización a presión atmosférica (API) y electrospray (ESI). Permite fácil análisis de péptidos y compuestos de alto peso molecular.
- Sonda para sólidos: con accesorios para obtención de espectros de sólidos puros o disueltos por inserción directa a la fuente en todos los modos.

Para ampliar la información sobre los sistemas descritos o para cualquier consulta técnica y/o comercial, contacte con:

Konik-Tech
 Av. Cerdanyola, 73
 08190 Sant Cugat (Barcelona)
 Tfno.: 93 590 2840
 Fax: 93 590 2844
 e-mail: ventas@konik-group.com
 www.konik-group.com

MERCK

MERCK KGAA PRESENTA LA SOLUCIÓN MUNDIAL MÁS RÁPIDA PARA HPLC

Columnas pequeñas pero efectivas: Chromolith™ SpeedROD y Chromolith™ Performace los niveles más altos de eficacia y resolución al tiempo que reducen la duración del análisis.

La última innovación en columnas para HPLC desarrollada en Merck se presenta en forma de varillas sólidas de silica porosa (1). Con una estructura de poro doble (2), estas varillas han sido fabricadas utilizando un nuevo proceso de sol-gel aplicado a sílices ultrapuras. El resultado es un material que presenta una porosidad superior en un 15% al de los materiales utilizados hasta la fecha. Esto abre nuevas perspectivas a la HPLC, entre las que la más importante es la posibilidad de aplicar flujos de trabajo muy superiores a los utilizados actualmente, con lo que los tiempos de análisis se acortan drásticamente sin por ello resultar afectados los niveles de presión.

Fig. 1. Chromolith™

Fig. 2 Estructura de poro doble

Más allá de su óptima eficacia de separación, Chromolith™ SpeedROD y Chromolith™ Performace aceleran la velocidad de análisis, siendo su especial estructura de poro lo que permite que los analitos viajen sin restricciones por el interior de estas columnas y alcancen los puntos cromatográficamente activos más rápidamente que en columnas convencionales sin provocar grandes aumentos de presión. Así pues, flujos de trabajo tan altos como hasta 10 ml/min. pueden utilizarse en Chromolith™ sin que la separación presente pérdidas apreciables de eficacia y que los valores de presión estén en torno a los típicos de una columna tradicional trabajando a un régimen de 1,5 ml/min. Naturalmente, estas condiciones tienen una repercusión directa en el tiempo de análisis que puede reducirse hasta en un 70%.

No tan sólo la posibilidad de trabajar a flujos más altos (3) es una de las nuevas oportunidades que ofrece Chromolith™ SpeedROD y Chromolith™ Performace, sino que también ahora es posible el uso de gradientes de flujo para la elución rápida de los picos muy retenidos y la combinación de gradientes de concentración y de flujo en el mismo cromatograma para la separación de las mezclas más complejas en el mínimo tiempo. Asimismo, tiempos de reequilibrado tan cortos como menos de 2 minutos, son sólo necesarios para garantizar reproducibilidad en caso de utilizar gradientes, lo que una vez más repercute positivamente sobre la productividad.

Fig. 3. Gradiente de flujo

Columna: Chromolith™ Performance RP18e, 100-4.6mm.

Fase Móvil : Metanol/ 0.02M tampon Fosfato pH 3.0 (30/70).

Detección: UV @ 254nm

Tiempo (min)	Flujo (ml/ min)
0 - 2	2
2 - 3	2 - 5
3 - 6	5

Muestra:	1. Bisoprolol-hemifurato	2. Pindolol
	3. Nadolol	4. Pafenolol
	5. Metoprolol	6. Celiprolol
	7. Carazolol	8. Bisoprolol
	9. Alprenolol	10. Propranolol

Chromolith™ SpeedROD y Chromolith™ Performance son sin duda alguna las columnas más rápidas actualmente disponibles. Encuentran aplicaciones apropiadas en la industria farmacéutica involucrada en investigación de nuevas drogas mediante química combinatoria y en general en todos aquellos casos en donde el tiempo es un factor crucial.

Para una mayor información dirigirse a:

Merck Farma y Química, S.A.

Div. Productos para Laboratorio

Tel. 93 565 55 60

Fax 93 544 02 87

MILLIPORE

Nueva publicación Millipore: "Impact of feed water quality on the production of ultrapure water". Octubre 2000.

En la última edición de "R&D Notebook", se presentan los resultados de un nuevo trabajo de investigación realizado por técnicos del Dpto. de I+D de Millipore en Francia y Japón. El objetivo de este trabajo es determinar el impacto del tipo de agua que alimenta un sistema Milli-Q, sobre la calidad del agua producida por el Milli-Q. Ofrecemos a continuación el sumario de dicha publicación:

Habitualmente, la calidad del agua ultrapura producida por una cadena de purificación de agua se controla exclusivamente mediante la medición de la resistividad. La producción de agua ultrapura requiere varias etapas de purificación. Cuando se parte de agua de red municipal, es imprescindible un pretratamiento antes del equipo de ultrapurificación final.

Sistema Milli-Q Gradient A10. Producción de agua ultrapura y libre de materia orgánica para aplicaciones instrumentales. Medición en línea de la resistividad y del COT (carbono orgánico total).

Uno de los pretratamientos más utilizados es la desionización (DI), bien mediante DI convencional (resinas regenerables de intercambio iónico), bien mediante la combinación de ósmosis inversa (RO) y electrodesionización sin regeneración (EDI). Ambos métodos producen agua de alta resistividad, pero se observan diferencias significativas cuando se compara su contenido en materia orgánica, mediante la determinación en línea del COT (carbono orgánico total). Cuando se utiliza DI convencional, los valores de COT en el agua producida son más elevados y, además, es necesario un mantenimiento más complejo y más frecuente.

Sistema Elix 3. Pretratamiento idóneo del agua de red previo a la ultrapurificación, para obtener agua con bajo nivel de COT (carbono orgánico total).

El agua purificada a través de lechos de resinas DI convencionales, libera materia orgánica que llega a los medios de purificación del equipo de ultrapurificación, alcanzando incluso su filtro final, con lo que se reducen la eficiencia y la vida útil de los cartuchos del equipo.

Si desea obtener una copia gratuita del artículo completo (ref. RD004), solicítela a:

Millipore Ibérica, S.A.
División de Purificación de Agua
Avda. Llano Castellano, 13
28034 Madrid
Tel. 917 283 960
Fax 917 292 909
E-mail: aplicaciones@millipore.com

REACTIVOS

Scharlau, S.L.

CONTENIDO DE CARBOHIDRATOS EN ALIMENTOS

El rango de columnas PL Hi-Plex fue desarrollado por Polymer Laboratories Ltd. para el análisis de carbohidratos como respuesta a la creciente demanda de información analítica más completa en etiquetaje y control. Las columnas PL Hi-Plex son ideales para el análisis de alimentos procesados como la mantequilla de cacahuete que contiene una gran cantidad de azúcar y que puede proporcionar un perfil de ambos tipos de azúcares: naturales y añadidos. La composición final en azúcar de la mantequilla de cacahuete es compleja. En la producción, al tostar los cacahuetes, pueden afectarse los azúcares naturales de este fruto seco ocasionando la descomposición de polisacáridos y glicoproteínas. Además se añade azúcar de caña para endulzar. El análisis de mantequilla de cacahuete usando la columna PL Hi-Plex Ca detecta sacarosa, azúcar añadido y oligosacáridos de alto peso molecular, ver figura 1.

Los carbohidratos no tienen un cromóforo UV, por eso, el detector más usado para el análisis de carbohidratos es el de índice de refracción. De todas formas, este detector presenta una deriva muy sensible a cambios en la temperatura y la presión. El detector evaporativo de "light scattering" se ha posicionado como una alternativa al índice de refracción para aquellos solutos sin cromóforo UV. El principio de operación incluye la nebulización del eluyente seguida de su evaporación. Se determina entonces la cantidad de luz "desviada" por las partículas de soluto al pasar a través del haz de luz. Se ha desarrollado un método para la identificación de mono- y disacáridos en productos alimenticios usando el detector evaporativo de "light scattering". Los tres azúcares mayoritarios en los productos alimenticios suelen ser la sacarosa, la glucosa y la fructosa, las cantidades relativas de los cuales pueden usarse como indicativo de la adición de azúcar. Esto se detecta fácilmente usando la columna PL Hi-Plex Ca y el detector evaporativo de "light scattering". La figura 2 muestra los cromatogramas obtenidos en mermelada y miel en la identificación de estos tres azúcares mayoritarios.

SOLUCIONES PRACTICAS PARA QUÍMICOS ORGÁNICOS

Scharlab presenta la gama de estaciones de reacción de su representada en exclusiva Radleys. Se consigue aumentar la productividad en síntesis paralela, purificación, química combinatoria y, en general, en cualquier reacción, purificación o síntesis. A continuación se describen de forma resumida las más destacadas soluciones prácticas para químicos orgánicos.

Carousel Reaction Station

Desarrollado por químicos médicos de Glaxo Wellcome, el Carousel de Radleys es el primer sistema de síntesis paralela realmente diseñado para el uso personal. Pueden llevarse a cabo hasta 12 reacciones paralelas en fase sólida o sobre soporte sólido con agitación, calefacción y reflujo en atmósfera inerte. Se trata de una estación asequible, compacta y de fácil manejo, perfecta para el uso de cada químico en su vitrina de gases.

Sintetizador GreenHouse

Es un sintetizador de 24 posiciones para química paralela en solución y sobre soporte sólido. El GreenHouse (diseñado por químicos médicos de GlaxoWellcome) permite llevar a cabo 24 reacciones en paralelo con un volumen de reacción de 0.3 a 3 ml por tubo de reacción. El bloque de reacción extraíble contiene

24 tubos de reacción de vidrio y tiene la misma disposición que una placa de microtitración. Esto permite una rápida transferencia de las muestras desde o hacia la placa de microtitración con una pipeta multicanal o un sistema robótico. El bloque de reacción está también diseñado para encajar dentro de las centrifugas Genevac Vacuum.

Estaciones de reacción Metz

Se trata de estaciones de reacción de 10, 24, 25 y 50 posiciones con agitación, calefacción y refrigeración para química combinatoria, desarrollo de procesos y química paralela. Con reflujo opcional, tubos de diferentes tamaños y con conexión RS232/485 permitiendo la integración robótica.

Estación de reacción Metz 6

La estación de reacción Metz 6 permite realizar reacciones 6 x 100 ml en paralelo, con alta agitación magnética, calefacción, reflujo y la opción de usar atmósfera inerte o vacío. El Metz 6 es ideal para sintetizar bloques de construcción y para desarrollo de procesos.

Cargador de resinas Titan

El cargador de resinas Titan está diseñado para una dispensación paralela de resinas eficiente en formatos de 96 pocillos. Desarrollado por químicos de SmithKline Beecham Pharmaceuticals, el cargador de resinas Titan acelera el proceso de carga de pequeñas cantidades de resina en conjuntos de 96 y evita el uso de disolventes tóxicos.

Separador de fase Lollipop

Desarrollado por los químicos médicos de GlaxoWellcome, el separador de fase Lollipop proporciona un método simple para extracción paralela líquido-líquido. Permite la separación de fases inmiscibles en una disposición de placa de microtitración de 96 o 24. Ideal para usarse con sintetizadores que trabajen con placas de 24 o 96 pocillos como el Sintetizador GreenHouse.

Para más información por favor contacte con:

Scharlab, S.L.

La Jota, 86

08016 Barcelona

Tel: 93 352 60 61

Fax: 93 349 80 23

e-mail: ampastor@retemail.es

web: www.scharlab.com

KONIK 2000: INNOVACIONES EN CROMATOGRAFÍA Y ESPECTROMETRÍA DE MASAS

Como fruto de la actividad investigadora e innovadora a lo largo de más de 20 años, Konik-Tech ha conseguido un alto nivel de especialización en el diseño, fabricación y comercialización de equipos de cromatografía y espectrometría de masas y todas las múltiples tecnologías que subyacen en éstos.

Los cromatógrafos y espectrómetros de masas Konik se diseñan y construyen en nuestro país bajo el sistema de calidad ISO 9001. Algunas de las innovaciones que han presentado durante el año 2000 son las siguientes:

Konik HRGC 4000 B Peak Power. Cromatógrafo de gases de especificaciones inigualadas:

- Inyector estanco con septum frío (sin purga de septa): ahorro de portador. Garantía de integridad (muestras lábiles). Prevención de discriminación de volátiles. Ausencia de retrodifusión de humedad ambiental.
- Horno estable a 0,1°C: máxima reproducibilidad de tiempos de retención. Mejor cualitativo. Baja inercia térmica. Enfriamiento ultra-rápido.
- Programadores digitales de presión (EPC) y flujo másico de gases (EMC): óptimo cuantitativo y máxima reproducibilidad y comodidad de uso.
- Programación simultánea de flujos y temperaturas: resolución ultra-rápida. Mínimo tiempo total de análisis.
- Cromatografía multidimensional: admite 6 válvulas. Soluciones únicas para petróleo y derivados (gases de refinería, gas natural, destilación simulada...).
- Cromatografía de procesos: en planta o laboratorio. En tuberías o a pie de reactor. Totalmente automatizado.

HPLC Isocrático Konik Kis 20 HPLC o gradientes binarios KGS-20 HPLC. La solución óptima para su laboratorio al mejor precio.

- Con detector UV-VIS y válvula de inyección totalmente integrado controlado por computador.
- Automuestreador opcional.

Innovador inyector automático multimodo Konik K-Mas5. Robot que puede ser configurado a voluntad en menos de 5 minutos para 6 modos operativos. Un simple y rápido cambio de agujas y accesorios lo convierten en:

- espacio de cabeza estático (Head Space): para el análisis de residuos de disolventes y de monómeros, alcoholemia,
- espacio de cabeza dinámico con enriquecimiento (purga y trampa): para el análisis de compuestos orgánicos volátiles en aguas y suelos,

- micro-extracción con fases sólidas: mediante microfibras convencionales,
- desorción térmica programada: para el análisis de aire, higiene industrial, grandes volúmenes, y
- muestras líquidas tanto en HRGC como en HPLC compatible con cualquier cromatógrafo del mercado.

El sistema efectúa adición de reactivos, patrones, disolventes, micro-concentración, secado, agitación, calefacción y enfriamiento de viales, inclusive de la bandeja.

La adición de un segundo brazo opcional le convierte en una estación de micro-química idónea para preparación e introducción de muestras a cualquier HRGC, HPLC y/o masas.

Sistema combinado de HRGC/HPLC-Masas Konik K-MASS11 que incorpora opcionalmente:

- Fuente para acoplamiento HRGC: permite ionización por impacto electrónico e ionización química. Iones positivos y negativos. En el modo IQ (-) es el sistema más sensible del mercado.
- Fuente para acoplamiento HPLC: optimizada para ionización a presión atmosférica (API) y electrospray (ESI). Permite fácil análisis de péptidos y compuestos de alto peso molecular.
- Sonda para sólidos: con accesorios para obtención de espectros de sólidos puros o disueltos por inserción directa a la fuente en todos los modos.

Para ampliar la información sobre los sistemas descritos o para cualquier consulta técnica y/o comercial, contacte con:

Konik-Tech
 Av. Cerdanyola, 73
 08190 Sant Cugat (Barcelona)
 Tfno.: 93 590 2840
 Fax: 93 590 2844
 e-mail: ventas@konik-group.com
 www.konik-group.com

VERTEX

Technics S.L.

NUEVO CROMATÓGRAFO IÓNICO DIONEX DX 80

El nuevo DX 80 es un eficaz y económico sistema de cromatografía iónica para análisis de aniones o cationes.

En Vertex, como distribuidores en España de Dionex, pensamos que este nuevo cromatógrafo conseguirá un importante lugar en el campo de la química analítica, porque además de su enorme sencillez, posee otras características que le hacen merecedor de ser una herramienta básica en los laboratorios de análisis:

Está concebido para el análisis rutinario de iones, y es el único con métodos de integración y de calibración preconfigurados. Esto facilita su empleo diario, ahorrando tiempo en su aprendizaje.

También se destaca del resto de equipos del mercado por sus reducidas dimensiones y fácil acceso a componentes internos.

CARACTERÍSTICAS

El equipo

El DX80 es el cromatógrafo iónico más pequeño que existe en la actualidad. Su avanzada electrónica le proporciona la alta resolución necesaria en cuanto a detección por conductividad, por encima del rango de los 500 μ S.

La célula, con control de temperatura, conjuntamente con la supresión en continuo del MMS III, proporciona una línea base estable y un bajo ruido de fondo. El resultado es un análisis seguro, fiable y de gran sensibilidad, con un rango de concentración que va desde 1 ppb a cientos de ppms.

La bomba para dispensación del eluyente es una

bomba recíproca de alta velocidad, con componentes PEEK inertes y con un solo juego de válvulas de seguridad, lo que minimiza los costes de mantenimiento.

Software de control

El nuevo DX 80 está totalmente controlado a través del software PeakNet IA, el software más sencillo jamás desarrollado para un sistema de análisis de iones. El usuario puede acceder a cualquier función desde una intuitiva pantalla. Se introduce la información de la muestra, se pulsa "Start" y los resultados de cada muestra se presentan en una tabla en pantalla, después de completado el análisis.

En caso necesario se pueden revisar cromatogramas de manera individual y modificar la preintegración que el equipo proporciona.

La recalibración es sencilla; basta usar unas rutinas de calibración predefinidas. Los archivos recogidos con el PeakNet 6.

Sistema de separación

Aniones: Columnas AS14A de 3 x 150 mm con supresora de aniones AMMS III.

Cationes: Columnas CS12A de 3 x 150 mm con supresora de aniones CMMS III.

Tubos y material de circulación de eluyentes, fabricados en material polimérico tanto para configuraciones de aniones y de cationes.

Detección

Por célula de conductividad bipolar termostatzada, proceso de señal digital por encima del rango de 0 a 500 μ S.

Software

Software PeakNet-IA requiere Windows® 98 o NT.

Automatización

Automuestreador AS40 (con viales de 5 ml).

Dimensiones y peso

33x24x40 cm. (Alto x ancho x fondo).

10 Kg.

En Vertex esaremos encantados de poder actualizar toda la información que necesite. Solicite gratis nuestro nuevo catálogo Analítica y Técnicas Preparativas, con los equipos más actuales en el campo del análisis cromatográfico (Iónica y HPLC) y técnicas preparativas afines (extracción, digestión, evaporación y concentración).

Vertex Technics (Distribuidor de Dionex en España).

Of. Barcelona 93 - 223 33 33

Of. Madrid 91 - 367 51 51

Of. Bilbao 94 - 447 19 99

Of. Valencia 96 - 348 90 92

Descubra los secretos de una nueva era en cromatografía

Inauguramos una nueva era en HPLC con la introducción de las varillas monolíticas de sílice Chromolith™. Con ellas ahora se puede:

- ✓ Reducir enormemente el tiempo de análisis
- ✓ Aplicar gradientes combinados de flujo y concentración

Chromolith™ Speed ROD y Chromolith™ Performace son columnas de una generación fabricada con la nueva tecnología de monolitos porosos.

Especialmente idóneas en situaciones en donde el tiempo de análisis es un factor crucial, Chromolith™ permite el trabajo con regímenes de flujo más elevados que los utilizados en columnas convencionales sin cambios en selectividad de la separación, por lo que la transferencia directa de los métodos existentes está asegurada.

Para recibir más información contacte con:

MERCK Farma y Química S.A
División Productos para Laboratorio
Tel. 93 565 55 60
Fax 93 544 02 87

Nuevos Sistemas HPLC Breeze™ de Waters

Absorbancia,
Fluorescencia,
Índice de refracción...

Control del sistema HPLC
y tratamiento de datos LC, GPC...

Gradiente o Isocrático,
con inyector manual o automático...

Fiables, robustos, versátiles, fáciles de manejar...
...y económicos

TODO ES IMPORTANTESM

Waters

Waters Cromatografía, S.A.

Avda. de Europa, 21 • Parque Empresarial La Moraleja • 28108 ALCOBENDAS - Tel.: 91 203 91 00
Entenza, 24-planta baja • 08015 BARCELONA • Tel.: 93 600 93 00

www.waters.com