

# CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

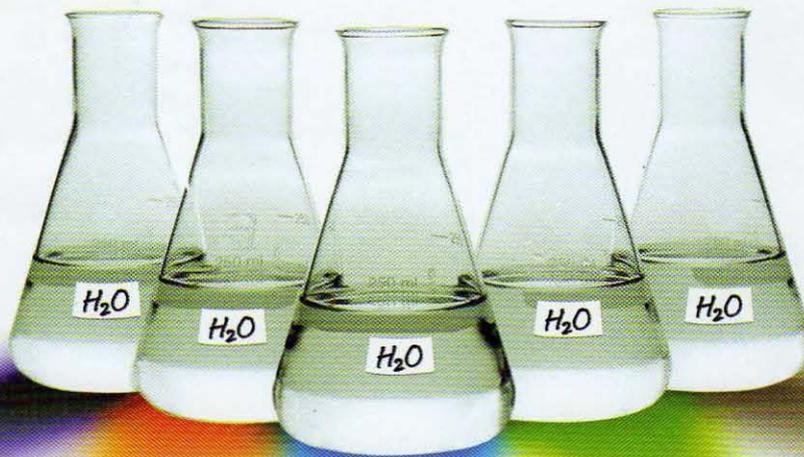
**SECYTA**

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE  
CROMATOGRAFÍA  
Y TÉCNICAS AFINES

**23**

BOLETIN DE LA SECYTA  
VOLUMEN 23 NÚM. 1 (2002)  
WWW.SECYTA.ORG

MILLIPORE



## ahora hay una solución a su medida

Tenemos una solución para cualquier laboratorio: agua de alta pureza, adaptada específicamente a cada aplicación.

Tanto si usted trabaja en biología como en medio ambiente, si necesita agua purificada para análisis de trazas o libre de pirógenos, uno de los nuevos sistemas Milli-Q® es la solución que usted precisa. **Para conocer el sistema mejor adaptado a sus aplicaciones, envíenos un**

**e-mail a [H2O@millipore.com](mailto:H2O@millipore.com)**

**o llámenos al 917 283 960**

**web: [www.millipore.com/H2O](http://www.millipore.com/H2O)**



Gradient

Synthesis

Academic

Biocel

Element

# CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, junio de 2002 Vol. 23, núm. 1  
ISSN 1132-1369

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

## INDICE

2 **EDITORIAL**

**ARTICULOS**

- 3 Análisis de polialcoholes, ácidos carboxílicos y azúcares por cromatografía de gases: una revisión, *por J. Jalocha y C. Gómez-Cordovés*

**NOTICIAS DE LA SECyTA**

- 10 Próxima reunión  
11 *In memoriam*: José Antotnio García Domínguez

**INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA**

- 14 Reseña de libros

**INFORMACIONES**

- 15 Congresos celebrados: *HPLC2002*  
17 Calendario de actividades: próximos congresos

**DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS**

- 19 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:** M. de Frutos, M.L. Marina, J. Sanz, M.D. Cabezudo, G. Reglero, C. Gutiérrez Blanco.

**Depósito legal:** M-1902-1975

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

**Diseño de portada:** Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

# EDITORIAL

Recientemente la Junta Directiva de la SECyTA ha celebrado una reunión en la que se ha analizado el estado de nuestra sociedad y de cómo ha funcionado durante el último año. El hecho de que la reunión constituyente de la SECyTA tuviera lugar en Abril del 2001 y que la reunión de este año coincida con las JAI en noviembre ha hecho que hayamos pasado un periodo de tiempo bastante largo sin comunicación directa. Sin embargo, la vida de la sociedad se ha ido manteniendo. Entre las acciones llevadas a cabo me gustaría citar la actualización del listado de socios, la consolidación de la web, la publicación de dos números del Boletín y la colaboración de nuestra sociedad en la organización de las JAI. Os debo comunicar además, que finalmente se ha editado el volumen del Journal of Chromatography con los artículos presentados en la reunión del GCTA que celebramos en Alcalá de Henares en Julio del año 2000, el retraso se debe principalmente a que la editorial no ha editado el volumen hasta que no han sido publicados todos los trabajos y esto ha resultado ser un proceso muy lento. De todos modos todos los asistentes a la reunión próximamente recibirán el volumen. Espero que el correspondiente a la reunión de Valencia del año pasado se demore mucho menos. También quisiera os informar de que las comisiones que nombramos en la asamblea de Valencia que se encargan de temas tan diversos como el Boletín, las relaciones con las casas comerciales, la concesión de becas para la asistencia a congresos o la página web, entre otros, han elaborado algunas propuestas que serán presentadas en la asamblea que se va a celebrar en el marco de las JAI el próximo noviembre.

Una de las actuaciones de la SECyTA que me gustaría potenciar es nuestra web cuya dirección es <http://www.secyta.org>. Creo que entre reuniones y con independencia de los números del Boletín que recogen puntual información de nuestra sociedad, la web debería ser el nexo de comunicación de los miembros de la SECyTA. Tenemos algunas ideas al respecto que presentaremos en la próxima asamblea pero os recuerdo que hay un buzón de sugerencias que os animo a utilizar a fin de que la web se convierta en un elemento ágil que permita dar información, ideas y también soluciones a problemas concretos que se puedan presentar y sea de hecho, un foro de discusión. En esta línea por ejemplo, os rogaría que enviarais los títulos y referencia de aquellos artículos que encontréis en la literatura tanto de carácter general como de innovación tecnológica o metodológica que consideréis de interés a fin de que podamos incluir en la web un listado de artículos relevantes.

Quisiera en esta editorial hacer especial referencia a la II Reunión de la SECyTA que ya os he dicho que se celebrará conjuntamente con las JAI en Barcelona del 26 al 29 de Noviembre en el marco de Expoquímia. Espero que sea un éxito, de momento se ha recibido un número considerable de resúmenes más de 400, muchos de los cuales hacen referencia a técnicas de separación por lo que supongo que el número de participantes de nuestra sociedad va a ser considerable. Os recuerdo que hay la posibilidad de solicitar becas para estudiantes y que las condiciones y modo de solicitud se encuentran en la segunda circular. Además, toda la información que hace referencia a las JAI se puede consultar en la dirección [www.eurojai.com](http://www.eurojai.com). También os quisiera recordar que la SECyTA dará un premio al mejor trabajo en técnicas de separación (dotado por Agilent) y que la SEEM dará uno (dotado por Thermo Instruments) al mejor trabajo en espectrometría de masas de compuestos orgánicos. Este recordatorio tiene por finalidad que os animéis a presentar trabajos a los premios, las condiciones y calendario se encuentran en la segunda circular y se pueden consultar en la web de las JAI.

**M. T. Galcerán**  
*Presidenta de la SECyTA*

# ARTICULOS

## Análisis de polialcoholes, ácidos carboxílicos y azúcares por cromatografía de gases : una revisión

Jerzy Jalocha y Carmen Gómez-Cordovés.  
 Instituto de Fermentaciones Industriales. (C.S.I.C.)  
 Juan de la Cierva, 3 28006 Madrid

### INTRODUCCIÓN

Existe abundante literatura sobre el análisis simultáneo de azúcares, ácidos polihidroxilados y polialcoholes por Cromatografía de Gases, si bien el mayor aporte en diversidad de metodologías tuvo lugar entre los años 1986 y 1999. Los primeros compuestos documentados son los azúcares en la excelente monografía de Biermann y McGinnis (4) y en las revisiones bibliográficas (5, 15), así como el uso de diferentes técnicas cromatográficas (16) y la aplicación de la espectroscopía de masas (5). Como grupos independientes se revisan brevemente: los polialcoholes en mezclas complejas (40), los ciclitoles en plantas (39), y los trimetilsililderivados de los ácidos y su cuantificación por espectrometría de masas (48, 49) en soluciones modelo. Los azúcares se comentan en conjunto con los polialcoholes (45, 57) y con los ácidos (50). En dos trabajos se analizan pequeñas revisiones del conjunto de los tres grupos de compuestos (1, 31) en extractos de plantas y albaricoques.

También se han comparado técnicas de cromatografía gaseosa (GC) con las de cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC) en la separación y cuantificación de azúcares, polialcoholes y ácidos, concluyendo que en el análisis de un gran número de estos compuestos la GC tiene mejor selectividad, mayor sensibilidad, permite separar mayor número de compuestos y cuantificar, en un mayor rango, concentraciones. Todo con una derivatización y una inyección con una sola columna y un único inyector (50, 57).

En la tabla 1 se presentan las condiciones de análisis y presencia de los compuestos detectados. En un total de 48 publicaciones se ha encontrado: una, que hace referencia exclusivamente a ácidos (37) y tres, a los ácidos juntamente con los azúcares (14, 51, 54). Un 25% de los trabajos se dedica únicamente al análisis de polialcoholes (3, 8, 18, 24, 25, 26, 29, 30, 40, 41, 44, 56), y el 40% de ellos al conjunto de polialcoholes y azúcares (2, 9, 11, 17, 19, 20, 27, 34, 35, 38, 42, 55, 57, 60, 61, 63, 67, 68). Solamente el 27% de las referencias reseñadas presentan métodos para el análisis del conjunto de polialcoholes, ácidos y azúcares (1, 7, 13, 28, 31, 45, 46, 52, 53, 59, 64-66).

### PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Como los agentes derivatizantes forman productos volátiles con un gran número de compuestos, en el análisis de muestras de origen biológico se pueden obtener cromatogramas muy complejos. Se han desarrollado varios métodos para la eliminación de interferencias. Los métodos más tradicionales consideran alguna etapa de extracción líquido-líquido (19) o líquido-sólido (13, 57) antes de la derivatización. Actualmente (1, 38), éstas últimas están siendo desplazadas por métodos de extracción en fase sólida (SPE).

También existe la posibilidad de extraer los compuestos una vez que ya están derivatizados, como trimetilsililéteres, con un solvente orgánico desde agua (3, 68) o desde acetonitrilo (34).

Otra posibilidad es la purificación química de interferentes antes o después de la derivatización. Shoemaker (59) desarrolló un método para el análisis de ácidos orgánicos, carbohidratos, polialcoholes, aminoácidos, conjugados de glicina, neurotransmisores y algunos otros compuestos en orina, aplicando un tratamiento de ureasa antes de la derivatización, eliminando el principal interferente que es la urea. También se han usado reactivos de Carrez (17) para la eliminación de proteínas de licores de fruta (por formación de ferrocianuro *in situ*).

En contraposición a estos trabajos, también se han realizado esfuerzos en el desarrollo de las aplicaciones que eviten las etapas de purificación previa, llevando a cabo las derivatizaciones en la presencia misma de la matriz, e inyección directa, con detección por ionización de llama (FID), como los trabajos realizados por Morvai (51-54) en manzana y otras frutas, y por otros autores en diferentes tejidos de plantas (60), o por espectrometría de masas en tejidos animales (18), frutos cítricos (65), manzana (66), hidrolizados de polisacáridos obtenidos de bacterias (7) y albaricoques (31).

Este último trabajo presenta estudios comparativos en la preparación de muestras y concluye que no es necesaria una etapa previa de extracción. Por el contrario, en extractos de hojas se encontró que es indispensable un paso previo de purificación, y se obtuvieron buenos resultados con el uso de SepPak (1).

Tabla 1. Condiciones de análisis y presencia de los compuestos detectados

Referencia	Compuestos	Matriz	Derivatización	Detección	Columna
(1)	Pa, Az, Ac	Extracto vegetal	HMDS	FID	DB-1, 40 m _ 0.18 mm
(2)	Pa, Az	Patrones	Comparación varios métodos	FID	Cols. capilares DB-1701 y DB-17
(3)	4 Pa	Vinagre	HMDS/pyr/TMCS	FID	SE-52, 25 m _ 0.32 mm
(7)	4 Pa, 6 Az, 5 Ac	Bacterias	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFAA	MS	DB-5, 30 m _ 25 mm
(8)	Pa	Mezcla compuestos	TMS-deriv.		Col. rellena 17% Carbowax 20M
(9)	Pa, Az	Orina	NH <sub>2</sub> OH/pyr + BSA	FID	HP-5, 10 m _ 0.53 mm
(11)	1 Pa, 11 Az	Patrones	TMS-deriv., acetatos aldito y aldonitrilo	FID, NPD, MS (conf.)	Col. capilar apolar
(13)	4 Pa, 15 Az, 10 Ac	Extractos vegetales	NH <sub>2</sub> OH/pyr + BSTFA/1%TMCS	FID, MS (conf.)	DB-1, 15 m _ 0.25 mm
(14)	Az, Ac	Orina	HMDS/TFA		
(17)	2 Pa, 6 Az	Licores	HMDS/pyr	FID	Col. rellena SE-30
(18)	4 Pa	Tejido animal	butilboronato	FID, MS	Cols. rellenas y capilares
(19)	1 Pa, 6 Az	Mat. Vegetal	BSTFA/TMC/pyr	FID	CP-SIL 5CB, 10 m _ 0.22 mm
(20)	Pa, Az	Bacilos			
(24)	17 Pa, (17 Az)	Soluciones patrón	NABH <sub>4</sub> + acetato etilo/TFAA	FID	Col. capilar con fase cianopropilo
(25)	11 Pa	Orina	NaBH <sub>4</sub> + TFAA/acetato etilo	FID, MS (conf.)	
(26)	Pa	Orina	trifluoroacetilados		
(28)	Pa, Az, Ac	Miel	HN <sub>2</sub> OH·HCl/HMDS/TFAA/pyr	MS	DB-5, 30 m _ 0.248 mm
(29)	1 Pa	Suero urémico	5% n-butilboronato	MS	Col megabore DB-1
(30)	1 Pa	Tejido vegetal	TMS-deriv.	FID	Col. rellena 2% OV-101
(31)	Pa, Az, Ac	Albaricque	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFA	MS	DB-5, 30 m _ 0.248 mm
(34)	6 Pa, 3 Az	Plasma humano	TMSI	FID, MS (conf.)	Col. metilsilicona, 25 m _ 0.31 mm
(35)	a Pa, 4 Az	Mezclas patrón	NaBH <sub>4</sub> + propilamina/pyr + pyr/AAA	FID	SP2340, 24 m _ 0.75 mm
(36)	Pa, Az	Part. Marino	NaBH <sub>4</sub> + AAA/pyr	MS-MS	
(37)	Ac	Orina	TMO + NaHCO <sub>3</sub> + cloroformo	FID, MS	Col. capilar OV1701, 25 m
(38)	10 Pa, 19 Az	Vino	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + AAA	FID	DB-5, 30 m _ 0.32 mm
(40)	31 Pa	Soluciones patrón	acetatos y TMS-deriv.	FID	Cols. capilares DB-23 y HP-5
(41)	Pa	Sangre		MS	
(42)	1 Pa, 1 Az	Orina	BSA/pyr		
(44)	Pa	Momia	HMDS/TMCS/pyr	MS	DB-5, 30 m _ 0.25 mm
(46)	Pa, Az, Ac	Mat. vegetal	TMS-deriv.	FID, MS	
(51)	Az, Ac	Manzana	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFAA	FID	Col. rellena 15% Dexsil GC 300
(52)	1 Pa, 7 Az, 9 Ac	Fruta, vegetales	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFAA	FID	CP-Sil-5CB DF0,12 (10m _ 0,5mm)
(53)	2 Pa, 14 Az, 19 Ac	Fruta	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFAA	FID	CP-Sil-5CB, 10m _ 0,25 mm
(54)	Az, Ac	Manzana	BSMOC/TFA/pyr	FID	CP-Sil-5CB, 10m _ 0,25 mm
(55)	Pa, Az	Bebidas, licores	HMDSI/TFA	FID	Col. capilar (25 m _ 0.25 mm)
(56)	Pa	Aguas residuales	AAA/BF <sub>3</sub>		
(57)	Pa, Az	Alimentos	TMS-deriv.	FID	Col. capilar SE 54
(59)	Pa, Az, Ac	Orina	MSTFA	MS	OV-5, 30 m _ 0.32 mm
(60)	Pa, Az	Tejido vegetal	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFA	FID	Col. rellena 3% OV-17
(61)	4 Pa, 1 Az	Soluciones acuosas	HMDS/TMCS		
(63)	Pa, Az	Orina	BSTFA/TMCS	MS	Ultra Alloy, 30 m _ 0.25 mm
(64)	2 Pa, 8 Az, 12 Ac	Manzana	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFAA	MS	DB-5, 30 m _ 0.25 mm
(65)	2 Pa, 6 Az, 11 Ac	Frutos cítricos	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFAA	MS	DB5, 30 m _ 0.25 mm
(66)	5 Pa, 15 Az, 16 Ac	Manzana	NH <sub>2</sub> OH·HCl/pyr + HMDS/TFAA	MS	DB-5, 30 m _ 0.25 mm
(67)	Pa, Az	Leche	3 métodos TMD	FID	Comparación diferentes fases
(68)	1 Pa, 3 Az	Zumo de cítricos	TMSI/TMCS/pyr + H <sub>2</sub> O/hexano	FID	Col. metilsilicona, 7.5 m _ 0.25 mm

Pa: polialcohol; Az: azúcar; Ac: ácido; pyr: piridina

## DERIVATIZACIONES

Los compuestos en estudio requieren de una derivatización para formar compuestos volátiles susceptibles a la separación por cromatografía gaseosa (6, 33). A pesar de la gran variedad de derivados y métodos existentes, y en desarrollo, se puede observar que los más usados son los acetilados y sobre todo los trimetilsililderivados.

Al trabajar con mezclas de compuestos, es importante determinar meticulosamente las condiciones necesarias para la derivatización de cada grupo de compuestos y las estabilidades y recuperaciones, ya que se ha visto que estas condiciones varían mucho (51). Se recomienda el excelente trabajo de Andrews (2), que optimiza la separación de una mezcla de monosacáridos en una mezcla de reacción catalizada por metales de transición. Compara la formación de alditoles, oximas y benziloximas como TMS-derivados, acetatos y trifluoroacetatos, y concluye que la mayoría de las mezclas se podría resolver como trimetilsililderivados de las *O*-metiloximas. Para mezclas más complejas propone un método de formación de trimetilsililderivados de *O*-benziloximas y para mezclas muy difíciles propone un esquema de formación de trifluoroacetatos de *O*-benziloximas.

### Trimetilsililderivados

Son los derivados más empleados en todo el intervalo de tiempo considerado y representan el 75% de los métodos revisados (1, 3, 7, 8, 9, 11, 13, 14, 17, 19, 28, 30, 31, 34, 40, 42, 44, 45, 46, 51, 52, 53, 54, 55, 57, 59, 60, 61, 63, 64, 65, 66, 67, 68). Su gran popularidad se debe, probablemente, a que se pueden formar derivados volátiles de una gran variedad de compuestos (azúcares, polialcoholes, ácidos carboxílicos, aminoazúcares, ácidos fenólicos, etc.), solos y mezclados abundantemente, en amplios rangos de concentraciones, lo que permite disponer de un gran número de métodos y mucha bibliografía con aplicaciones en matrices complejas de diversa naturaleza.

Los compuestos trimetilsililderivados se caracterizan en general por ser muy volátiles, más volátiles que los azúcares acetilados (11), lo que permite la cromatografía de compuestos de alto peso molecular como los pentasacáridos (12). Una desventaja es la baja resolución para los polialcoholes (2), pero con una columna capilar de 50 metros, fué posible separar, en 35 minutos, 12 compuestos de una mezcla de 31 polialcoholes (40).

Con las debidas precauciones los derivados son bastante estables. Una consecuencia poco aprovechada hasta el momento, es que las muestras muy pobres de azúcares y ácidos se pueden concentrar por evaporación hasta 1/5 del volumen inicial sin pérdidas (51).

La separación cromatográfica se realiza en columnas

no-polares. La fase estacionaria de uso más amplio para los compuestos en estudio es la metilsilicona (2, 65).

Generalmente, la derivatización se realiza en presencia de piridina que actúa como solvente y como catalizador (62). Para reemplazarla, se ha propuesto el uso de *N*-metil-2-pirrolidinona como solvente, que debido a su mayor temperatura de ebullición favorecería el uso de una temperatura alta del inyector, logrando menos discriminación y más linealidad para los diferentes compuestos (2).

Los agentes silanzantes son sensibles al agua. Reaccionan estequiométricamente con ésta formando hexametildisiloxano (10). Es interesante mencionar aquí, que esta reacción se ha usado para cuantificar agua en una mezcla de alcoholes simples y superiores (8). Sin embargo, el agua en matrices biológicas puede interferir con la reacción, y generalmente se realiza una etapa de secado para lograr una derivatización completa y evitar el uso de un gran exceso de agente derivatizante.

**HMDS.** El hexametildisiloxano es el reactivo que se usó en la primera separación cromatográfica de azúcares (62). La piridina usada como solvente y catalizador está siendo reemplazada por anhídrido trifluoroacético (TFAA). Además suele ser acidulado con ácido trifluoroacético (TFA) o trimetilclorosilano (TMCS).

**TMSI.** El trimetilsililimidazol tiene ventajas sobre la mezcla HMDS/TMCS. Es un reactivo mucho más fuerte, que reacciona más rápidamente con los ácidos carboxílicos. Es menos sensible al agua (11), es menos corrosivo, no forma precipitados y el exceso de reactivo, que siempre debe haber, es detectado con facilidad por GC (2). Su estabilidad frente al agua es tal, que incluso ha sido posible realizar la derivatización de glucosa en una solución acuosa al 50% (58). Se recomienda que siempre se use catalizador ácido (clorhidrato de piridina o TMCS) a menos que haya razones en contra (2).

**BSMOC.** El *N*-metoxi-*N*,*O*-bistrimetilsilil carbamato fue introducido por Morvai (54) para la separación simultánea de azúcares y ácidos por cromatografía gaseosa. La reacción con BSMOC permitió la sililación y formación de la oxima en un solo paso, en un tiempo mínimo y a temperatura ambiente, evitando la descomposición de los productos y la hidrólisis de la muestra. No se encontraron publicaciones posteriores con este reactivo, a pesar de los resultados prometedores de este trabajo. Quizá esto se deba a que el reactivo debe ser sintetizado en el laboratorio.

### Acetilados

Originalmente el método fue desarrollado para el análisis de azúcares, donde se usa combinado con una etapa de reducción a alditol. También sirve para separar y cuantifi-

car mezclas de compuestos (35), pero como tiene la desventaja de ser laborioso y los factores de repuesta son poco reproducibles (15), está siendo desplazado por métodos de trimetilsililación. Sin embargo, puede ser recomendado para la separación de polialcoholes, ya que la resolución es superior a los trimetilsilil-derivados (40). Además, los derivados son muy estables, de manera que se pueden realizar extracciones y es posible guardarlos refrigerados durante tres meses (65).

La separación se realiza generalmente en columnas muy polares (cianopropilfenilsilicona), con la excepción de un trabajo donde usan una columna apolar de tipo fenilmetilsilicona (38). Generalmente, la reacción se realiza simplemente con anhídrido acético (AAA), cercana a 100 °C y es muy frecuente hacer posteriormente un tratamiento con hidroxilamina para convertir los azúcares en sus oximas.

#### **Trifluoroacetilados**

Estos compuestos tienen la ventaja de ser notablemente más volátiles que los TMS-derivados y son más adecuados para detección por espectrometría de masas (2). También permiten aumentar la sensibilidad al usar un detector de captura electrónica (ECD), pero no se ha encontrado ninguna publicación posterior que aproveche esta cualidad.

La reacción tradicional con TFAA ha sido superada con la introducción de N-metil-bis(trifluoroacetamida) (MBTFA), que es más fácil de manejar y de reacción más rápida y completa. Andrews (2) recomienda una fase al 14% de cianopropilfenil para separar trifluoroacetatos de oligosacáridos.

#### **Otras**

Se han desarrollado, y se siguen desarrollando, otros métodos de derivatización con diversas finalidades: derivatizar en un menor tiempo de reacción, o con reactivos más inocuos y baratos, conseguir derivados más estables y la simplificación de los cromatogramas de azúcares. También puede ser de interés lograr aumentar la sensibilidad introduciendo halógenos u otros grupos que permitan el uso de detectores específicos y más sensibles.

*Metilación.* Tienen la ventaja sobre los TMS-derivados, de una mayor estabilidad, especialmente con la humedad y que los espectros MS generalmente son más fáciles de interpretar.

A pesar de ser conocido como el método de mayor uso (11, 15), se ha encontrado una sola referencia que presenta el nuevo método de metilación con tetrafluoroborato

de trimetiloxonio (TMO). La introducción de este reactivo presenta la ventaja de ser de manejo menos peligroso y de reaccionar directamente en medio acuoso (37), evitando la etapa de extracción necesaria con los reactivos tradicionales (diazometano, acetilcloruro-metanol, y trifluoruro-metanol).

*Butilboro.* Es un reactivo muy específico, que necesita pares de grupos hidroxilos para reaccionar. Así se ofrece como una buena alternativa para separar hexitoles, que no se resuelven completamente como TMS-derivados (18). Además es adecuado para aplicaciones GC-MS debido a la buena respuesta que presentan los derivados.

#### **Simplificación para azúcares**

Dado que los azúcares en solventes protónicos presentan formas anoméricas de anillos furanósicos y piranósicos en los cromatogramas pueden aparecer varios picos para cada compuesto. En el caso de los TMS-derivados se ha realizado una serie de estudios detallados sobre la separación de los distintas formas de aldopentosas (21), aldohexosas (43), cetoheptosas (22) y disacáridos (23).

*Reducción a alditol.* Es muy utilizada para los acetatos y los trifluoroacetatos, aunque este procedimiento implica una pérdida de información. Por ejemplo, tanto la arabinosa como la xilosa dan arabitol como producto de la reducción. De esta manera, es imposible discernir cuáles de estos tres compuestos se encuentran en la muestra original, y en qué proporciones. Por otra parte resulta muy laborioso, ya que al realizar la reducción con borohidruro de sodio, el borato que se genera debe ser eliminado por evaporación o intercambio iónico antes de la derivatización.

*Oximas.* La separación de azúcares en su forma de TMS-O-metiloximas es el esquema más generalmente aplicable y útil, especialmente para cuantificaciones precisas, y en mezclas que no sean excesivamente complejas (2). Esto explica su amplia presencia en la bibliografía de los últimos años, y el hecho de haber ido desplazando el método de reducción a alditol.

Para casos muy particulares se puede justificar el uso de oximas sustituidas con las cuales se puede mejorar la separación, por ejemplo, de aldosas con benciloximas (2).

*Aldonitrilo.* Tiene la ventaja de una preparación más sencilla, buena estabilidad (24 horas) y tiempos de retención más cortos. En azúcares generalmente se forma un solo pico, y además permite el uso del detector Nitrógeno/Fósforo (NPD) y MS. Como trabajo muy completo se recomienda el de Burke y col. (11), que compara la separación de los acetatos de aldonitrilo con éteres trimetilsilil-derivados y acetatos de alditol, usando detectores FID y específico de Nitrógeno (NSD).

## EQUIPAMIENTO

Si al comienzo del período revisado se encuentran varios trabajos en columnas rellenas, al final se utilizan exclusivamente columnas capilares (de diámetro de 0.25 mm aproximadamente), que permiten mayor resolución en un menor tiempo.

El detector de ionización de llama (FID) presenta excelentes límites de detección con los compuestos y derivatizaciones reseñadas, facilidad de uso y es barato. Es una buena opción que sigue siendo ampliamente utilizada hoy (1).

Se puede lograr una sensibilidad significativamente mayor al usar detectores de captura electrónica (ECD) para compuestos halogenados y el detector específico para Nitrógeno/Fósforo (NPD). Estos átomos pueden ser introducidos en los compuestos de interés mediante la técnica de derivatización, pero sólo se ha encontrado una publicación que haga uso de ello (11).

En un comienzo los detectores MS se utilizaban sobre todo en trabajos de química analítica para la confirmación de los picos y para muestras clínicas. En los últimos años se hace cada vez más rutinario su uso como detector universal. Primero por cuantificación por corriente iónica total (TIC), posteriormente por trampa iónica (ITD), que tiene un alto poder para separar picos muy pequeños cercanos a componentes importantes y también para identificarlos sobre el ruido de fondo (7, 48, 49). Esto permite analizar perfiles de mezclas altamente complejas, como los componentes de la miel con grandes rangos de concentración y sin etapas de extracción previa (28) o las diversas clases de azúcares en paredes celulares de bacterias (5).

El comportamiento cromatográfico de los derivados trimetilsililados, y su detección por MS se ha estudiado para el caso de mono- di- y trisacáridos en soluciones acuosas (47) y en miel (27), y para el caso de diferentes ácidos (48, 49).

## TRES EJEMPLOS

Para terminar se comentan tres aplicaciones por su diversidad e interés.

### Fluidos biológicos

El análisis de carbohidratos y otros compuestos en orina se simplificó de manera importante con el método introducido por Shoemaker y Elliott (59). En vez de laboriosos procedimientos de extracción de los compuestos a analizar, se hace un tratamiento con ureasa, para eliminar la urea, principal componente orgánico de la orina. De esta manera, aparte de ganar tiempo, se pueden realizar

análisis de una gran gama de los componentes minoritarios sin necesidad de adecuar los procedimientos de purificación para cada grupo de compuestos.

Dentro de los 124 compuestos detectados se cuentan azúcares, polialcoholes, ácidos carboxílicos, ácidos fenólicos, aminoácidos.

Después del tratamiento con ureasa, y eliminación de residuos de agua con cloruro de metileno, la muestra se derivatizó con MSTFA a 70°C durante una hora. El análisis se realizó por inyección directa.

La separación se llevó a cabo en una columna OV-5 de 30 m., 0.32 mm de diámetro y recubrimiento de 0.5 m. El inyector fué del tipo splitless, y como detector se usó un espectrómetro de masas. El análisis cromatográfico se realizó en 67 min.

### Vegetales

Adams y col. (1) presentaron un método para la determinación simultánea de azúcares, polialcoholes y ácidos en extractos de tejido vegetal. Este trabajo es interesante, ya que muestra el uso de extracción en fase sólida con cartuchos SepPak para la purificación de muestra.

La extracción de la muestra se realizó con ácido perclórico al 5%. Posteriormente se ajustó el pH aproximadamente a 3 con K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. El SepPak, previamente acondicionado con 5 ml de metanol y 5 ml de agua, se cargó con 0.5 ml de HCl 1 mM y 0.5 ml del extracto. Se lavó con 1 ml de agua, y se eluyó con 2 ml de acetonitrilo al 30% en HCl 1 mM. Después de secado al rotavapor, se redisolvió en acetonitrilo con 30 mg·ml<sup>-1</sup> de hidroxilamina, y se calentó a 75°C durante 75 minutos. Luego se agregó una mezcla HMDS:TFAA 10:1, se sometió a ultrasonidos 30 min a 50°C, y finalmente se calentó a 100°C durante 60 min.

Se usó un inyector split/splitless en modo splitless y un detector FID. Se separó en una columna DB-1 de 40 m de largo y 0.18 mm de diámetro. La cromatografía duró 45 minutos.

### Miel

Horváth y Molnár-Perl (28) por primera vez lograron separar y cuantificar simultáneamente componentes mayores y menores en la miel, en una sola inyección, sin procedimiento de preparación de muestra. La dificultad radicaba en la altísima concentración de los azúcares propios de la miel (fructosa, glucosa, sacarosa, trehalosa, turanosa, maltosa, isomaltosa, maltotriosa, isomaltotriosa, gentibiosa, rafinosa, erlosa, melozitosa, panosa, inositol, ácido galacturónico) y la bajísima concentración (0.0001 - 0.43 %) de los demás compuestos (ácidos: o-fosfórico, málico, shikímico, cítrico/isocítrico, quínico,

margárico, oleico y esteárico; hidroximetilfurfural y prolina).

Para realizar la derivatización, la muestra de miel se disolvió directamente en piridina con 25 g-l-1 NH<sub>2</sub>OH:HCl, y se derivatizó con HMDS:TFAA en proporción 9:1. Después de 60 min a 100 °C, se disolvió con HMDS y se inyectó la solución resultante.

La separación de los compuestos se realizó en una columna DB-5 de 30 m., 0.25 mm de diámetro y recubrimiento de 0.25 m de espesor. La inyección se realizó en un inyector de temperatura programable, y se detectó con un espectrómetro de masas en modo de corriente iónica total y por atrapamiento de iones para los compuestos minoritarios ó no-resueltos. El análisis cromatográfico se realizó en 54 minutos.

#### BIBLIOGRAFÍA

1. M. A. Adams, Z. Chen, P. Landman, T. Colmer, *Anal. Biochem.*, 266 (1998) 77-84.
2. M. A. Andrews, *Carbohydr. Res.*, 194 (1989) 1-19.
3. A. Antonelli, A. Carnacini, A. Versari, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 17 (1994) 553-555.
4. C. Biermann, G. McGinnis (ed.), *Analysis of Carbohydrates by GLC and MS*, CRC Press, Boca Raton, FL, 1989.
5. G. E. Black, A. Fox, *J. Chromatogr. A*, 720 (1996) 51-60.
6. K. Blau, G. S. King, in *Handbook of derivatives for chromatography* (K. Blue, J. Halket eds), 1993, Heyden, London.
7. I. Boldizar, K. Horváth, G. Szedlay, I. Molnár-Perl, *Chromatographia*, 47 (1998) 413-419.
8. S. Boneva, *Khim. Ind. (Sofia)*, 58 (1986) 439-440.
9. M. Bratova, P. Kohout, *Klin. Biochem. Metab.*, 6 (1998) 98-102.
10. G. D. Brittain, E. S. Sullivan, L. R. Schewe, *Recent Advances in Gas Chromatography*, I. I. Domsy and J. A. Perry eds., Marcel Dekker, NY 1971 223-229
11. K. J. M. Burke, M. C. Berry, M. Cooke, *Analyst*, 112 (1987) 1427-1431.
12. Wei-min Cai, H. Liu, Xiao-jun Sun, *Sepu*, 18 (2000) 88-89.
13. G. W. Chapman, R. J. Horvat, *J. Agric. Food Chem.*, 37 (1989) 947-950.
14. I. P. Chepurnoi, K. E. Bolbat, *Klin. Lab. Diagn.*, 3 (1996) 48-50.
15. S. C. Churms, *J. Chromatogr.*, 500 (1990) 555-583.
16. S. C. Churms, *J. Chromatogr. Libr.*, 51B (1992) B229-B292.
17. L. Coll Hellin, L., Gutierrez Ruiz, A. Zapata Revilla, *Z. Lebensm.-Unters. Forsch.*, 196 (1993) 49-52.
18. D. M. Eades, J. R. Williamson, W. R. Sherman, *J. Chromatogr.*, 490 (1989) 1-8.
19. C. W. Ford, R. D. Hartley, *J. Chromatogr.*, 436 (1988) 484-489.
20. K. F. Fox, D. S. Wunschel, A. Fox, G. C. Stewart, *J. Microbiol. Methods*, 33 (1998) 1-11.
21. A. García-Raso, I. Martínez-Castro, M. I. Paez, J. Sanz, J. García-Raso, F. Saura-Calixto, *J. Chromatogr.*, 398 (1987) 9-20.
22. A. García-Raso, M. Fernandez-Diaz, M. I. Paez, J. Sanz, I. Martínez-Castro, *J. Chromatogr.*, 471 (1989) 205-216.
23. A. García-Raso, M. I. Paez, I. Martínez-Castro, J. Sanz, M. M. Calvo, *J. Chromatogr.*, 607 (1992) 221-225.
24. H. Haga, T. Nakajima, *Chem. Pharm. Bull.*, 36 (1988) 1562-1564.
25. H. Haga, T. Nakajima, *Biomed. Chromatogr.*, 3 (1989) 68-71.
26. H. Haga, S. Kamei, A. Ohkubo, T. Nakajima, *Anal. Sci.*, 6 (1990) 657-666.
27. K. Horváth, I. Molnár-Perl, *Chromatographia*, 45 (1997) 328-335.
28. K. Horváth, I. Molnár-Perl, *Chromatographia*, 48 (1998) 120-126.
29. M. Inoue, T. Mio, K. Sumino, *Jpn. J. Med.*, 27 (1988) 29-33.
30. Y. Ito, F. Hirayama, K. Suto, T. Oshima, K. Sagara, T. Mizutani, *Shoyakugaku Zasshi*, 44 (1990) 343-345.
31. Zs. F. Katona, P. Sass, I. Molnár-Perl, *J. Chromatogr.*, A 847 (1999) 91-102.
32. G. E. H. Knapman, *Developments in chromatography-2*, 1980, Applied Science Publishers, London.
33. D. R. Knapp, *Handbook of analytical derivation reactions*, 1979, Wiley, New York.
34. J. Kusmierz, J. J. DeGeorge, D. Sweeney, C. May, S. I. Rapoport, *J. Chromatogr.*, 197 (1989) 39-48.
35. J. Lehrfeld, *J. Chromatogr.*, 408 (1987) 245-253.
36. Leskovsek, H., Perko, S., Zigon, D., Faganeli, J., *Analyst (Cambridge, U. K.)* 119 (1994) 1125-1128.
37. Liebich, H. M., Gesele, E., *J. Chromatogr. A* 843 (1999) 237-245.
38. S. Q. Liu, C. R. Davis, *Am. J. Enol. Vitic.*, 45 (1994) 229-234.
39. F. A. Loewus, *Methods Plant Biochem.*, 2 (1990) 219-233.
40. J. Madaj, A. Wisniewski, E. Skorupowa, J. Sokolowski, *J. Chromatogr.* 655 (1993) 267-273.
41. F. Mangani, A. Berloni, M. Maione, E. Piatti, A. Accorsi, *Ann. Chim. (Roma)*, 89 (1999) 585-590.
42. O. Martínez-Augustin, J. J. Boza, J. M. Romera, A. Gil, *Clin. Biochem.*, 28 (1995) 401-405.



## El Nuevo Estándar

Alto rendimiento, bajo coste de mantenimiento

nuevo sistema  
de purificación  
HPLC Serie 1100  
con BOMBA  
PREPARATIVA

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

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

En menos de cinco años, hemos desarrollado y vendido más de 120.000 módulos HPLC Serie 1100. Su enorme fiabilidad a lo largo de los años, no ha sido superada.

Ahora hemos mejorado aún más la serie HPLC 1100 aumentando la capacidad de nuestros Inyectores de muestras hasta 10 veces, e incorporando nuevos módulos para el trabajo en Cromatografía HPLC Capilar, Micro HPLC y HPLC Preparativa. Los nuevos módulos incluyen un muestreador de placas capaz de manejar más de 700 muestras, Bombas de gradiente a alta presión para columnas estándar, micro y capilares y una nueva Bomba de gradiente Preparativa que dispensa disolventes desde 0,001 a 100 ml/min y 400 bar, sin cambiar las cabezas. Además, el nuevo software ChemStation Plus de Agilent le ayuda a cumplir con nuevos requisitos de regulación, como 21 CFR Parte 11 de la FDA.

Sueños hechos realidad.



**Agilent Technologies**

# Agilent ofrece cuatro soluciones ICP-MS, con flexibilidad para manejar cualquier aplicación.



Para ICP-MS, sólo Agilent Technologies ofrece cuatro soluciones a medida, todas basadas en la misma estructura:

- **Agilent 7500a:** completo y de alto rendimiento, diseñado para resolver sus problemas.
- **Agilent 7500s:** sensibilidad extrema; para semiconductores y laboratorios de I + D.
- **Agilent 7500i:** un analizador de elevada automatización, para laboratorios de servicios.
- **Agilent 7500c:** con el sistema ORS (sistema de reacción octopolo) para análisis directo de agua marina, ultratrazas y relaciones isotópicas de Se, así como ultratrazas de As, Se y Cr en muestras con matrices clínicas. La Serie Agilent 7500 proporciona la flexibilidad para manejar cualquier aplicación, en cualquier matriz de muestra, para industrias que varían desde la medioambiental y la clínica hasta la química y de semiconductores. Cada versión modular puede ser actualizada con varios dispositivos de introducción de muestras y distintas opciones, como el software Plasma Cromatográfico de tiempo real.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

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



**Agilent Technologies**

43. I. Martínez-Castro, M. I. Paez, J. Sanz, A. García-Raso, *J. Chromatogr.*, 462 (1989) 49-60.
44. P. Mejanelle, J. Bleton, S. Goursaud, A. Tchapla, *J. Chromatogr. A*, 767 (1997) 177-186.
45. I. Molnár-Perl, M. Morvai, *Food Addit. Contam.*, 9 (1992) 505-514.
46. I. Molnár-Perl, S. Tisza, P. Sass, *Acta Hort.*, 368 (1994) 291-309.
47. I. Molnár-Perl, K. Horváth, *Chromatographia*, 45 (1997) 321-327.
48. I. Molnár-Perl, K. Horváth, R. Bartha, *Chromatographia*, 48 (1998) 101-110.
49. I. Molnár-Perl, A. Vasanits, K. Horváth, *Chromatographia*, 48 (1998) 111-119.
50. Molnár-Perl, I., *J. Chromatogr. A* 845 (1999) 181-195.
51. M. Morvai, I. Molnár-Perl, *J. Chromatogr.*, 520 (1990) 201-207.
52. M. Morvai, I. Molnár-Perl, D. Knausz, *J. Chromatogr.*, 552 (1991) 337-344.
53. M. Morvai, I. Molnár-Perl, *Chromatographia*, 34 (1992) 502-504.
54. M. Morvai-Vitanyi, I. Molnár-Perl, D. Knausz, P. Sass, *Chromatographia*, 36 (1993) 204-206.
54. V. V. Nagaichuk, G. V. Kurganova, B. S. Subbotin, V. A. Smirnov, *Vinodel. Vinograd., SSSR* 2 (1987) 39-41.
56. L. V. Nevinnaya, Yu. A. Klyachko, *Zh. Anal. Khim.*, 41 (1986) 2257-2260.
57. R. Piccaglia, G. C. Galletti, *J. Sci. Food Agric.*, 45 (1988) 203-213.
58. A. E. Pierce, *Silylation of organic compounds*, Pierce Chemical, Rockford, IL, 1968.
59. J. D. Shoemaker, W. H. Elliott, *J. Chromatogr.*, 562 (1991) 125-138.
60. J. G. Streeter, C. E. Strimbu, *Anal. Biochem.*, 259 (1998) 253-257.
61. G. Su, Y. Gao, Y. Yan, *Sepu*, 6 (1988) 242-244.
62. C. C. Sweeley, R. Bentley, M. Makita, W. W. Welles, *J. Am. Chem. Soc.*, 85 (1963) 2497-2507.
63. M. Tetsuo, C. Zhang, H. Matsumoto, I. Matsumoto, *J. Chromatogr. B*, 731 (1999) 111-120.
64. S. Tisza, P. Sass, I. Molnár-Perl, *J. Chromatogr. A*, 676 (1994) 461-468.
65. S. Tisza, I. Molnár-Perl, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 165 (1994) 165-174.
66. S. Tisza, I. Molnár-Perl, M. Friedman, P. Sass, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 19 (1996) 54-58.
67. E. Troyano, A. Olano, M. Fernandez-Diaz, J. Sanz, I. Martínez-Castro, *Chromatographia*, 32 (1991) 379-82.
68. M. Villamiel, I. Martínez-Castro, A. Olano, N. Corzo, *Z. Lebensm.-Unters. Forsch. A*, 206 (1998) 48-51.

\*\*\*

## PRÓXIMA REUNIÓN

Tendrá lugar como parte de las 10as JORNADAS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL (JAI) que se celebrarán en Barcelona, en el marco de EXPOQUIMIA, del 26 al 29 de noviembre del año 2002.

Constituirán una excelente ocasión para discutir e intercambiar información y experiencias, desde un punto de vista interdisciplinar, sobre el desarrollo de los avances metodológicos que contribuyen a la Química Analítica moderna y sus aplicaciones a la resolución de los problemas que actualmente plantean la ciencia y la tecnología.

**Contenido**

Las Jornadas constarán de Conferencias Plenarias, para las que el Comité Organizador invitará a destacados especialistas internacionales, Presentaciones Orales, Comunicaciones en forma de Cartel y Sesiones de Presentación de Instrumentación.

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

- Alimentos
- Bioanálisis
- Contribuciones Teóricas, Desarrollo
- Instrumental y Calidad
- Materiales, Combustibles y
- Productos Industriales
- Medio Ambiente
- Proteómica

**Grupos organizadores**

Organizan las Jornadas las siguientes Sociedades y Grupos Especializados:

- Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) (antiguo GCTA)
- Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM)
- Sociedad Española de Química Analítica (SEQA)
- Comité de Espectroscopía (SEDO)
- Sociedad de Espectroscopia Aplicada (SEA)
- Grupo de Electroquímica (RSEQ y SEQA)

- Association of Environmental Sciences and Techniques
- Sociedade Portuguesa de Química (Divisão de Química Analítica)

**Publicación de los trabajos presentados**

Como en ediciones anteriores, las comunicaciones relacionadas con técnicas de separación podrán publicarse en el Journal of Chromatography y las que se presenten al Premio de Espectrometría de Masas, en el Journal of Mass Spectrometry. En todos los casos deberán superar el proceso de revisión de la correspondiente revista. Los manuscritos, respetando el formato de la revista a la que se dirijan, deberán ser enviados, o entregados en propia mano durante el transcurso de las JAI.

**Becas**

La SECyTA, con fondos propios y de otras entidades, ofrecerá becas de asistencia a la Reunión. Los requisitos para ser beneficiario de una de estas ayudas son los siguientes, sin exclusión de ninguno de ellos:

- Ser socio de la SECyTA,
- 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.

Otros detalles, sobre todo los plazos, aparecerán en la página WEB de la Sociedad ([www.secyta.org](http://www.secyta.org)). En todo caso, las solicitudes se dirigirán al Secretario, Xavier Guardino. La dirección aparece en este mismo boletín y en la página WEB

**Asamblea General de la SECyTA.**

Tendrá lugar durante las Jornadas, como ya es habitual.

Más detalles sobre las Jornadas irán apareciendo en la web: [www.eurojai.com](http://www.eurojai.com)

## José Antonio García Domínguez ya no está entre nosotros

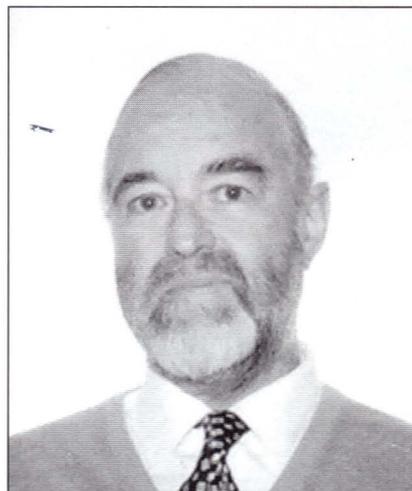
Con tristeza y con sentido de gratitud a él mismo acepto la ingrata tarea de comunicar a los lectores la desaparición de José Antonio. Y no lo haría si se tratara solamente de mostrar mis sentimientos personales o de hacerme eco del afecto de los muchos amigos que... tiene. Pero hay nuevas generaciones que solamente lo conocerán de la bibliografía o de las noticias indirectas que les lleguen, y quiero contribuir a que su información sea completa y matizada.

Voy a recoger en esta nota rasgos del José Antonio Investigador científico, y del José Antonio colega y formador de científicos.

Si digo que fue un investigador riguroso, profundo, ahondador despiadado de los aspectos teóricos más abstrusos, desmitificador de definiciones, y pulidor de conceptos he dicho mucho pero no todo. He de añadir que era un constructor de sus propias plataformas de observación para ver mejor, o para ver lo que los demás no verían, o para poder ver algo distinto de lo que verían todos los apalancados en el mismo balcón. Diríase que dedicado a un laboratorio de equipo instrumental no le apetecía pensar hasta que no había desguazado todos los equipos y los había hecho valer para nuevos fines o para los mismo fines pero con mayor perfección. Como si le diera pudor arrebatar a los equipos la información que podían suministrarle sin haberlos dotado él mismo de tal capacidad.

Y entonces y solo entonces, se sentía retado por los que antes habían opinado sobre los asuntos de su interés, o bien para superarlos o para contradecirlos. En otra época me hubiera extendido en los aspectos más brillantes de su curriculum, pero no lo voy a hacer porque actualmente está al alcance de todos y los especialistas de su campo lo citarán durante mucho tiempo.

Pero en este momento histórico, en que los valores cívicos van experimentando cambios en la sociedad, quiero comentar también algunos rasgos de su forma de ser que invitan a reflexionar.



Continuamente le he visto dar generosamente sus conocimientos, sus pautas de pensamiento, sus hipótesis, sus trucos, sus fuentes de información, y cuanto pensara que le podía ser útil al interlocutor. Nunca le he visto reivindicar la paternidad de su ayuda.

Siempre le he visto depositar una confianza tal en la valía de los colegas y en sus posibles genialidades que podía resultar a todas luces exagerada, y lo sé de buena tinta. Pero ¿qué actitud más estimulante puede existir para el becario, el joven investigador o el senior que se sumerge en campos inexplorados?

Si tuviera que resumir esta nota en una frase, diría: alegrémonos de haber conocido a José Antonio, y de haber compartido con él muchos desvelos en favor de los analistas. Y añadiría, que María Victoria su mujer, también investigadora, y sus hijos cuenten con la admiración y el afecto de todos nosotros.

**Lola Cabezudo**  
*Catedrática de la Universidad de  
Castilla La Mancha*

17-07-02

# TEMPUS™ TOF MS

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

TEMPUS™ MS

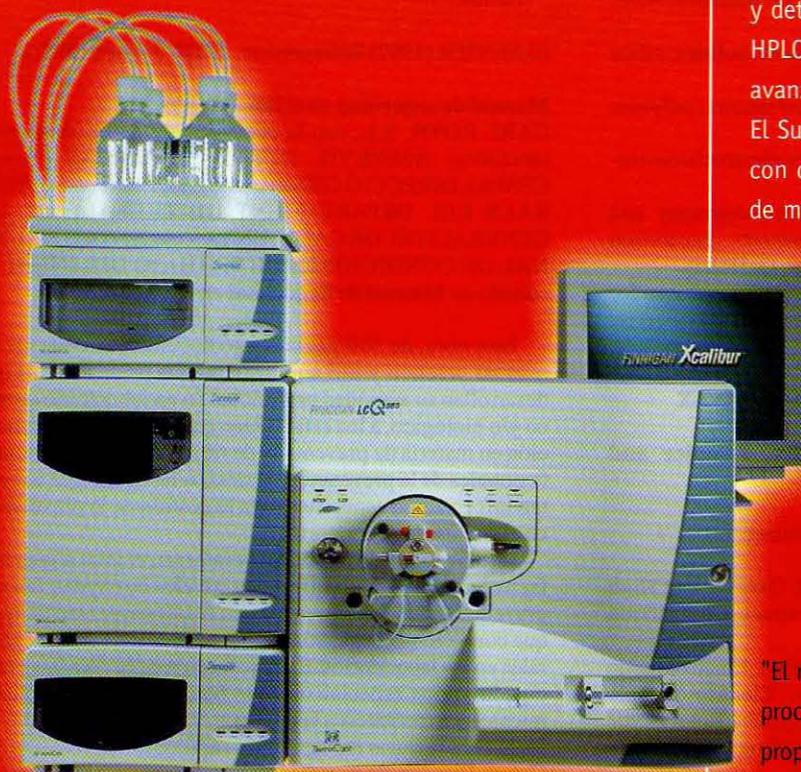
001305442

0:00:00



ThermoQuest  
IN THE COMPANY OF SCIENTISTS™

PRESENTANDO EL  
**FAST<sup>®</sup> ADVANTAGE**  
SISTEMA LC/MS<sup>®</sup> ULTRA-RAPIDO



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

El sistema FAST<sup>®</sup> de ThermoQuest combina lo último en procesamiento de muestras y detección, integrando nuestro nuevo HPLC, Surveyor<sup>™</sup> con cualquiera de nuestros avanzados Espectrómetros de Masas, MS<sup>®</sup>. 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<sup>®</sup>. Los Espectrómetros de Masas Finnigan AQA, LCQ<sup>™</sup> DUO, LCQDECA y TSQ<sup>®</sup> proporcionan los más altos niveles de sensibilidad, precisión, fiabilidad



"El nuevo sistema Fast LC/MS<sup>®</sup> 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<sup>™</sup>.  
Visítenos [www.thermoquest.com](http://www.thermoquest.com)

 **ThermoQuest**

IN THE COMPANY OF SCIENTISTS<sup>™</sup>

[www.thermoquest.com](http://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



### Capillary Electrochromatography

Z. Deyl y F. Svec

(Journal of Chromatography Library, Volumen 62)

1. Migration of charged sample components and electroosmotic flow in packed capillary columns. (A.S. Rathore, C. Horváth)
2. Instrumentation for capillary electrochromatography. (G.P. Rozing, A. Dermaux, P. Sandra)
3. Modes of CEC Separation. (C.M. Johnson, A.P. McKeown, M.R. Euerby)
4. Packed bed columns. (L.A. Colón, T.D. Maloney, A.M. Fermier)
5. Capillary electrochromatography on monolithic silica columns. (N. Tanaka, H. Kobayashi)
6. Capillary column technology: continuous polymer monoliths. (F. Svec)
7. Open tubular approaches to capillary electrochromatography. (J.J. Pesek, M.T. Matyska)
8. Hyphenation of capillary electrochromatography and mass spectrometry: instrumental aspects, separation systems and applications. (C. G. Huber, G. Hözl)
9. Pressure supported CEC: a high-efficiency technique for enantiomer separation. (D. Wistuba, V. Schurig)
10. Applications. (Z. Deyl, I. Miksik)

ELSEVIER (2001) 440 pages. ISBN: 0-444-50432-X

### Capillary Electrophoresis. Principles, Practice and Applications

S.F.Y. Li,

(Journal of Chromatography Library, Volumen 52)

1. Introduction: Historical Background. Overview of High Performance CE. Principles of Separations. Comparison with Other Separation Techniques.
2. Sample Injection Methods: Introduction. Electrokinetic Injection. Hydrodynamic Injection. Electric Sample Splitter. Split Flow Syringe Injection System. Rotary Type Injector. Freeze Plug Injection. Sampling Device with Feeder. Microinjectors. Optical Gating.
3. Detection Techniques: Introduction. UV-Visible Absorbance Detectors. Photo-diode Array Detectors. Fluorescence Detectors. Laser-based Thermo-optical and Refractive Index Detectors. Indirect Detection. Conductivity Detection. Electrochemical Detection. Mass Spectrometric Detection.
4. Column Technology: Uncoated Capillary Columns. Coated Columns. Gel-filled Columns. Packed Columns. Combining Packed and Open-Tubular Column.
5. Electrophoretic Media: Electrophoretic Buffer Systems. Micellar Electrokinetic Capillary Chromatography. Inclusion Pseudophases. Metal-complexing Pseudophases. Other Types of Electrophoretic Media.
6. Special Systems and Methods: Buffer Programming. Fraction Collection. Hyphenated Techniques. Field Effect Electroosmosis. Systematic Optimization of Separation.

7. Applications of Capillary Electrophoresis: Biomolecules. Pharmaceutical and Clinical Analysis. Inorganic Ions. Hydrocarbons. Foods and Drinks. Environmental Pollutants. Carbohydrates. Toxins. Polymers and Particles. Natural Products. Fuel. Metal Chelates. Industrial Waste Water. Explosives. Miscellaneous Applications.
8. Recent Advances and Prospect for Growth: Recent Reviews on CE. Advances in Injection Techniques. Novel Detection Techniques. Advances in Column Technology. Progress in Electrolyte Systems. New Systems and Methods. Additional Applications Based on CE. Future Trends.

ELSEVIER (1992) Reimpresión. ISBN: 0-444-81590-2

### Manual de seguridad en el laboratorio

CARL ROTH, S.L. con la colaboración de las siguientes entidades: ASEPEYO, ZURICH, ECOCAT (Grupo CESPA), DIRECCIÓ GENERAL DE RELACIONS LABORALES DEL DEPARTAMENT DE TREBALL DE LA GENERALITAT DE CATALUNYA y el CENTRO NACIONAL DE CONDICIONES DE TRABAJO DEL INSHT ha editado un **Manual de Seguridad en el Laboratorio**

Esta obra, de 530 páginas a todo color, pretende ser un manual práctico y útil a todos aquellos profesionales que desarrollan su actividad profesional en un laboratorio químico y/o biológico, a los estudiantes que necesitan una formación en materia de prevención de riesgos así como a los profesionales de la prevención de riesgos laborales que necesitan información específica para la gestión de la prevención en el ámbito del laboratorio.

La diversidad de tipos de laboratorios, el gran número de factores de riesgo, los diferentes niveles de exposición y la gravedad de los daños que pueden ocasionarse, son factores que condicionan la gestión de la prevención de riesgos laborales en los laboratorios. En la redacción de la obra han participado varios especialistas que han aportado sus conocimientos y experiencia a la misma.

En la obra se tratan los siguientes capítulos:

- Cap. 1. Prevención de riesgos laborales en el laboratorio
- Cap. 2. Prevención 2. El laboratorio en la fase de proyecto
- Cap. 3. Prevención 3. Riesgos específicos en los laboratorios
- Cap. 4. Prevención 4. Manipulación de muestras biológicas
- Cap. 5. Prevención 5. Radiaciones
- Cap. 6. Prevención 6. La gestión de residuos en los laboratorios
- Cap. 7. Prevención 7. Factores psicosociales, pvd y manipulación manual
- Cap. 8. Prevención . Vigilancia de la salud
- Cap. 9. Prevención . Emergencias

La obra se comercializa directamente por Carl Roth, S.L., para más información pueden contactar con

CARL ROTH, S.L.,

C/La Jota 86. 08016 BARCELONA

Telf.: 900101898. Fax.: 900502935.

www.carlroth.com. e-mail: consulta@carlroth.com



## CONGRESOS CELEBRADOS

### 26th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques, HPLC 2002

Montreal, Canadá, 2 al 7 junio de 2002.

La vigésimo sexta edición del International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2002) se celebró en el Palacio de Congresos de Montreal, del 2 al 7 de junio de 2002, y a lo largo del mismo hubo un recuerdo muy especial para el Profesor Göran Schill (1918-1992) de Uppsala University. El comité organizador estuvo presidido por el Profesor I.W. Wainer de los National Institutes of Health. El comité científico estuvo formado por investigadores de reconocido prestigio internacional que participaron activamente en el desarrollo del congreso.

En términos de participación, el Congreso registró un número de 950 inscripciones: 16% fueron estudiantes, 21% investigadores pertenecientes a instituciones académicas y gubernamentales, y 63% personal procedente de la industria, cifra de participación especialmente alta. El interés mostrado por parte de la industria en este Congreso se completó con la presencia de 64 empresas en la exposición comercial que tuvo lugar.

Si bien hubo una serie de cursos que comenzaron la mañana del día 1 de junio amparados por la organización del Congreso, el comienzo oficial fue la tarde del 2 de junio, con una introducción del Profesor I.W. Wainer seguida de una conferencia inaugural a cargo del presidente de World Anti-Doping Agency, Dr. R. Pound, titulada: "Drug Testing in Athletes".

El programa científico del Congreso, se compuso de 126 comunicaciones orales y conferencias, 457 posters y diversos seminarios ofrecidos por las empresas asistentes. Las comunicaciones, las cuales abarcaron un gran campo temático, se agruparon en las líneas siguientes: genómica y proteómica, biología y bioquímica analítica, electrocromatografía capilar, la cromatografía como herramienta de diagnóstico, extracción en fase sólida y polímeros de impresión molecular, cromatografía preparativa, cromatografía de afinidad, cromatografía de líquidos y electroforesis capilar multidimensional, cromatografía de líquidos con

detección por resonancia magnética nuclear, separación de compuestos quirales, fases estacionarias monolíticas y de nuevo desarrollo, análisis medioambiental, análisis farmacéutico, técnicas miniaturizadas y fundamentos de técnicas de separación.

En función del volumen de comunicaciones presentadas, se podría mencionar como líneas de especial interés: la evaluación y aplicación de nuevas fases estacionarias particulares o monolíticas, separación de compuestos quirales, separaciones por electroforesis capilar y electrocromatografía, y la detección por espectrometría de masas. Las comunicaciones presentadas continúan por tanto encaminadas a la obtención de separaciones con elevadas resoluciones y muy bajos tiempos de análisis, y a la identificación de los compuestos objeto de estudio.

La participación española fue de 12 inscripciones, probablemente debido a la distancia, si bien fue interesante con la presentación de 2 comunicaciones orales y 11 comunicaciones en formato poster.

La participación de los estudiantes recibió especial atención por parte de la organización del Congreso, con la concesión de becas de asistencia así como la oportunidad de presentar sus trabajos de forma oral. Además en la recta final del congreso se realizó una cena de estudiantes, la cual fue presidida por el Profesor C.W. Gehrke, de la University of Missouri-Columbia, y donde se realizó la presentación del libro "Chromatography: A Century of Discovery (1900-2000)", de la editorial Elsevier Science B.V. Durante esta cena también se entregaron 3 becas a otros tantos estudiantes para ayudar al desarrollo de su actividad investigadora, y se premiaron las 10 comunicaciones en formato poster que a juicio del jurado merecían dicho reconocimiento.

La clausura y despedida del congreso fue realizada por el Profesor I.W. Wainer a media mañana del viernes día 7, que expresó su satisfacción por la intensa semana de comunicaciones científicas que había transcurrido, y con la invitación por parte del Profesor A. Siouffi, a la asistencia al próximo Congreso HPLC 2003 que se celebrará en la ciudad francesa de Niza.

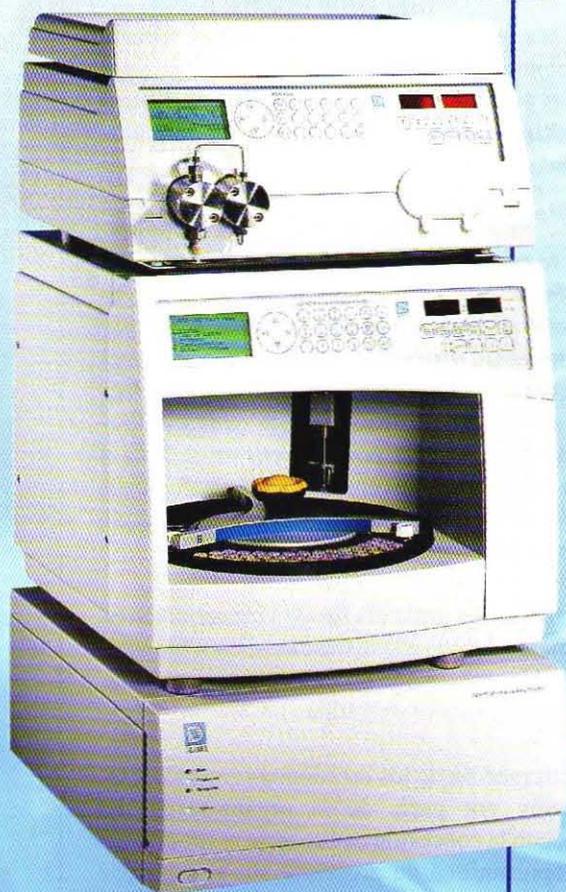
Ángel de la Puerta

Instituto de Química Orgánica General

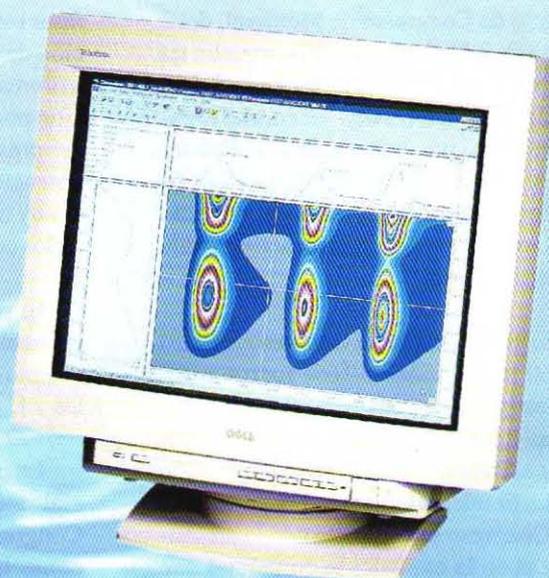


**Compromiso de Calidad**

Distribuidor en España de DIONEX  
líder en **cromatografía iónica**

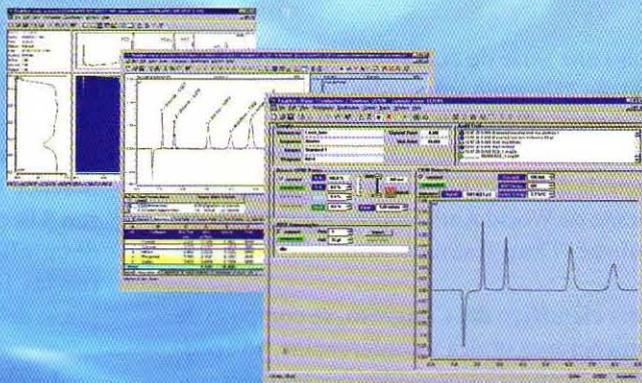


**AHORA... NUEVO SUMMIT,**  
**EL HPLC DE**  **DIONEX**



● 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  
Analítica 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](mailto:atencion.cliente@vertex.es) · S.A.T. Asistencia Técnica 93 331 00 31



# EMPRESAS colaboradoras

## PROTECTORAS

- AGILENT TECHNOLOGIES  
SPAIN, S.L.  
Ctra. N-VI, km 18,200  
28230 LAS ROZAS (Madrid)
- HUCÖA ERLOSS, S.A.  
Luis I, 9 - Edificio Hucoa  
28031 MADRID
- PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.  
Avda. Universitat Autònoma, 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 LIQUIDE ESPAÑA, S.A.  
Paseo de la Castellana, 35  
28046 MADRID
- ALFAQUIMIA, S.L.  
Santa Engracia, 43  
28010 MADRID
- GILSON INTERNATIONAL B.V.  
Apartado de Correos, 1075  
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (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 ANALITICA, S.L.  
Ctra. Cerdanyola, 65-67  
08190 SANT CUGAT 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
- S.I.A. Enginyers, S.A.  
Llacuna, 162  
08018 BARCELONA
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE  
CARBUROS METALICOS  
Plaza de Cronos, 5  
28037 MADRID
- SUGELABOR  
Sicilia, 36  
28038 MADRID
- TEKNOKROMA  
Camí de Can Calders, 14  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS  
(Barcelona)
- VARIAN-IBÉRICA, S.L.  
Avda. Pedro Díez, 25, 3º  
28019 MADRID
- VERTEX TECHNICS, S.L.  
Comercio, 12-14 bajos  
08902 HOSPITALET DE LLOBREGAT  
(Barcelona)
- VWR International - MERCK EUROLAB, S.A.  
Polígono Merck  
08100 MOLLET DEL VALLÉS  
(Barcelona)

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

Dr. Xavier Guardino

Centro Nacional de Condiciones de Trabajo

C/Dulcet, 2-10 - 08034 Barcelona

Cuota año 2002: 30 €

Señale la dirección en la que desea recibir la correspondencia.

Por favor, envíe un cheque por la cuota del primer año.

**SOCIEDAD ESPAÑOLA  
de CROMATOGRAFIA y TÉCNICAS AFINES**

**HOJA DE INSCRIPCION**

Apellidos ..... Nombre .....  
 Ciudad ..... Código postal .....  
Calle ..... núm. ....  
Teléfono ..... Correo electrónico .....  
 Industria u organización .....  
..... Ciudad ..... Código postal .....  
Calle ..... núm. ....  
Teléfono ..... FAX ..... Correo electrónico .....  
Firma

**DATOS BANCARIOS**

Banco/Caja de Ahorros .....  
Sucursal .....  
Dirección .....  
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 Sociedad Española de  
Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA).  
Atentamente le saluda,

Firma

Por favor, rellene los datos bancarios en el formato:

/ \_ \_ \_ / \_ \_ \_ / \_ \_ / \_ \_ \_ \_ \_ /  
Entidad Oficina D.C. Número de cuenta



## CALENDARIO DE ACTIVIDADES

**14th Congress on Methods in Protein Structure Analysis tendrá lugar en Valencia, del 8 al 12 de septiembre de 2002**

Para más información, dirigirse a:

MPSA-2002  
el Gabinete  
San Vicente Mártir, 208-2a  
Fax: +34 96 341 4898  
E-mail: elgabinete@ctv.es  
MPSA2002@ibv.csic.es

**HPLC 2003: 27th Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**

La 27 reunión sobre HPLC y técnicas relacionadas tendrá lugar en Niza, Francia, del 15 al 20 de Junio de 2003. Entre los miembros permanentes del Comité científico figura Emilio Gelpí, miembro de la SECyTA y Presidente de la SEEM.

Entre las sociedades patrocinadoras del evento figura la SECYTA

El programa incluye conferencias plenarias, comunicaciones orales y sesiones de carteles, sobre LC, MEKC, CE, FFF, técnicas acopladas, aspectos teóricos y de desarrollo instrumental, preparación de muestras, micro y nano tecnologías, quimiometría, validaciones, y aplicaciones diversas (proteómica, genómica, medio ambiente, fármacos, productos naturales, polímeros, alimentos, química combinatoria, bioanalítica, etc).

Se podrán presentar resúmenes hasta el 10 de diciembre de 2002. Los trabajos se publicarán como es habitual, en un número especial del Journal of Chromatography.

Para más información, se puede consultar la página  
Web: [www.hplc2003.com](http://www.hplc2003.com)

O dirigirse a:

Professor A.M. Siouffi.  
e-mail: [antoine-michel.siouffi@ufr.u-mrs.fr](mailto:antoine-michel.siouffi@ufr.u-mrs.fr)  
o a MCI (Manifestations et Communications Internationales).  
[maryse.deleris@hplc2003.com](mailto:maryse.deleris@hplc2003.com)  
o a:  
Maryse Deleris  
19 Rue d'Athènes - 75009 PARIS, France

Tel. : (33) 01 44 53 72 20 - Fax : (33) 01 44 53 72 22  
e-mail: [maryse.deleris@mcisalons.fr](mailto:maryse.deleris@mcisalons.fr)

**24 International Symposium on Chromatography**

Tendrá lugar en Leipzig, Alemania, del 16 al 20 de septiembre de 2002.

Puede obtenerse más información en:

Wgesellschaft Deutcher Chemiker  
Abteilung Tagungen  
Postfach 90 04 40  
D-60444 Frankfurt am Main, (Alemania)  
Fax: +49 69 7917 475  
E-mail: [engewald@rz.uni-leipzig.de](mailto:engewald@rz.uni-leipzig.de)

**IICS 2002: 15th International Ion Chromatography Symposium 2002.**

Tendrá lugar en Baltimore (MD), USA, del 29 de Septiembre al 2 de Octubre de 2002.

Puede obtenerse más información en:

Janet Strimaitis  
Century International, PO Box 493  
Medfield, MA 02052-0493, USA  
Tel.: +1 508 359 8777  
Fax: +1 508 359 8778  
e-mail: [century@fiam.net](mailto:century@fiam.net)  
web: [www.icsymposium.com](http://www.icsymposium.com)

**SPICA 2002: 9th International Symposium on Preparative and Industrial Chromatography and Allied Techniques.**

Tendrá lugar en Heidelberg, Alemania, del 6 al 9 de Octubre de 2002.

Puede obtenerse más información de:

Ilona Langguth  
Conference's Secretariat  
Dechema e V., Theodor-Heuss-Allee 25  
64086 Frankfurt am Main, Germany  
Tel.: +49 69 7564 254  
Fax: +49 69 7564 304  
e-mail: [langguth@dechema.de](mailto:langguth@dechema.de)  
web: [www.dechema.de/spica](http://www.dechema.de/spica)



## **6th Euroconference on Environmental Analytical Chemistry.**

Tendrá lugar en Erperheide, Belgica, del 18 al 22 de Octubre de 2002..

Puede obtenerse más información de:

Mr. L. Van't Dack.

Department of Chemistry, University of Antwerp (UIA)

Universiteitsplein 1, 2160

Antwerp-Wilrijk, Belgium.

Fax: +32 3 820 23 43

e-mail: vantdack@uia.ac.be

web: www.uia.ua.ac.be/euroconference

## **19th LC/MS (Montreux) Symposium.**

Tendrá lugar en Montreux, Suiza, del 6 al 8 de Noviembre de 2002..

Puede obtenerse más información de:

Mrs. M. Frei-Housler

IAEAC Secretariat, PO Box 46

CH-4123 Allschwil 2, Switzerland.

Tel.: +41 61 481 2789

Fax: +41 61 482 0805

## **HPCE 2003: 16th International Symposium on Microscale Separations and Analysis**

18-23 January 2003. San Diego (CA), USA.

Contact:

California Separation Science Society (CaSSS)

156 South Spruce Ave., Suite 207A

South San Francisco, CA 94080-4556, USA

Tel.: +1 650 876 0792

Fax: +1 650 876 0793

e-mail: k.bertani@casss.org

## **HPLC 2003: 27th Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques.**

La 27 reunión sobre HPLC y técnicas relacionadas tendrá lugar en Niza, Francia, del 15 al 20 de Junio de 2003. Entre los miembros permanentes del Comité científico figura Emilio Gelpí, miembro de la SECyTA y Presidente de la SEEM.

Entre las sociedades patrocinadoras del evento figura la SECYTA.

El programa incluye conferencias plenarias, comunicaciones orales y sesiones de carteles, sobre LC, MEKC, CE, FFF, técnicas acopladas, aspectos teóricos y de desarrollo instrumental, preparación de muestras, micro y nano tecnologías, quimiometría, validaciones, y aplicaciones diversas (proteómica, genómica, medio ambiente, fármacos, productos naturales, polímeros, alimentos, química combinatoria, bioanalítica, etc).

Se podrán presentar resúmenes hasta el 10 de diciembre de 2002. Los trabajos se publicarán como es habitual, en un número especial del Journal of Chromatography.

Para más información, se puede consultar la página Web: [www.hplc2003.com](http://www.hplc2003.com)

O dirigirse a:

Professor A.M. Siouffi.

e-mail: [antoine-michel.siouffi@ufr.u-mrs.fr](mailto:antoine-michel.siouffi@ufr.u-mrs.fr)

o a MCI (Manifestations et Communications Internationales).

[maryse.deleris@hplc2003.com](mailto:maryse.deleris@hplc2003.com)

o a:

Maryse Deleris

19 Rue d'Athènes - 75009 PARIS, France

Tel. : (33) 01 44 53 72 20 - Fax : (33) 01 44 53 72 22

e-mail: [maryse.deleris@mcisalons.fr](mailto:maryse.deleris@mcisalons.fr)



# NOVEDADES TÉCNICAS



**Agilent Technologies**

Innovating the HP Way

## AGILENT TECHNOLOGIES INC. Y MDS PROTEOMICS, COMPAAGILENT TECHNOLOGIES OFRECE UN CONJUNTO DE DVD/CD-ROM QUE PRESENTA LA FLEXIBILIDAD DE LA HPLC DE LA SERIE 1100 DE AGILENT

Agilent Technologies Europe ha anunciado hoy el lanzamiento de un nuevo conjunto de DVD/CD-ROM (número de publicación 5988-4704EN) que presenta los módulos y los sistemas de la cromatografía de líquidos de alto rendimiento (HPLC) de la Serie 1100 de Agilent.

El vídeo de 10 minutos ofrece una perspectiva general del conjunto de características del HPLC Serie 1100, que proporciona a los usuarios la flexibilidad para utilizarlo para una amplia gama de aplicaciones (desde la investigación proteómica hasta los QA/QC rutinarios). El vídeo incluye animaciones en 3D que ilustran el diseño modular y otras innovaciones, así como entrevistas con los empleados de Agilent relacionadas con el uso y la aplicación de la HPLC.

La flexibilidad y la productividad han convertido al HPLC Serie 1100 de Agilent en líder del mercado mundial, con más de 30000 sistemas instalados. En la página web [www.agilent.com/chem/1100](http://www.agilent.com/chem/1100) puede encontrarse más información.

## ANÁLISIS DE ORGANOFOSFATOS, PESTICIDAS DE CARBAMATO Y HERBICIDAS DE SULFONILUREA, UTILIZANDO LA DETECCIÓN DE LC/MS

Agilent Technologies Europe ha anunciado hoy el análisis mejorado de organofosfatos, carbamatos y sulfonilureas en muestras medioambientales utilizando la cromatografía de líquidos (LC) con la detección de espectrometría de masas (MS). Estas mejoras demuestran la gran versatilidad de las técnicas de LC/MS en análisis medioambientales, lo cual da lugar a una simplificación en la limpieza, una reducción del tiempo de desarrollo del método, una mejora en la sensibilidad y una mayor productividad.

Los pesticidas de organofosfatos se analizan fácilmente utilizando la LC/MS con una fuente de iones por electrospray (ESI). La ESI evita tanto la necesidad de derivati-

zar los pesticidas para obtener una mayor volatilidad como la degradación térmica que se produce con la cromatografía de gases (GC). El detector MS identifica cada uno de los pesticidas, incluso cuando no están completamente disueltos, y es mucho más sensible y específico que un detector ultravioleta (UV) de diodo array. El proceso se ilustra con una combinación de 16 pesticidas de organofosfatos además de mediante un patrón interno.

Los pesticidas de carbamato de los alimentos se miden normalmente mediante LC con derivatización post-columna y detección de fluorescencia. Este proceso no específico tiene los inconvenientes de producir falsos positivos, así como la excesiva complejidad y una sensibilidad inadecuada. La LC con un detector selectivo de masas en modo de ión seleccionado proporciona una identificación positiva de cada uno de los pesticidas, con unos límites de detección que oscilan entre 1 y 10 ppb para los nueve pesticidas probados. Estos niveles de sensibilidad se pueden conseguir en análisis rutinarios porque el control de iones seleccionados reduce la señal de fondo de la matriz del alimento.

Los herbicidas de sulfonilurea son utilizados con niveles de aplicación muy bajos. La metodología actual EPA requiere la concentración de los analitos en muestras grandes, un proceso laborioso y lento. La extracción en fase sólida seguida de la cromatografía de líquidos/espectrometría de masas de trampa de iones (LC/MS de trampa de iones/MS) ofrece un rendimiento potencial 16 veces superior al método EPA actual en el procesamiento de muestras. Esta propuesta automatizada reduce el tamaño requerido de las muestras, así como el tiempo de extracción y de análisis, y ofrece un límite de cuantificación (LOQ) inferior al del método EPA actual sin dejar de producir una recuperación y una reproducibilidad aceptables.

## EL MICROCRMATÓGRAFO DE GASES 3000 DE AGILENT TECHNOLOGIES OFRECE HASTA CUATRO CANALES PARA EL ANÁLISIS RÁPIDO IN SITU DE MUESTRAS COMPLEJAS

Agilent Technologies Europe ha presentado el más versátil de los componentes de su familia de microcromatógrafos de gases (GC), que permiten un análisis rápido in situ de prácticamente cualquier tipo de gas complejo. El Micro GC 3000 de Agilent puede funcionar hasta con cuatro canales simultáneamente.

El diseño modular del sistema puede configurarse para una amplia gama de aplicaciones, incluyendo las



pilas de combustible, gas de refinería, gas natural, gas industrial de alta pureza, así como exploraciones de petróleo y gas, y aplicaciones petroquímicas. Los análisis in situ con calidad de laboratorio desarrollados incluso en los entornos más hostiles, hacen que este sistema del tamaño de un maletín sea ideal para instalaciones piloto, líneas de proceso, estaciones de ensayos y trabajos de campo. La modularidad del sistema permite a los usuarios sustituir módulos rápidamente si es necesario, con un tiempo de inactividad mínimo.

Una interfase de software sencilla de utilizar permite también a los que no son cromatografistas analizar muestras y obtener resultados con facilidad. Y gracias a sus columnas capilares y componentes micromecanizados, el Micro GC 3000 proporciona el análisis con una rapidez hasta 10 veces superior a la de los GCs de laboratorio convencionales. Una respuesta inmediata en el punto de muestreo favorece una toma de decisiones rápida e informada. Además, el detector de conductividad térmica (TCD) del sistema con rango dinámico ampliado es 10 veces más sensible que los TCDs de laboratorio convencionales, lo que permite a los usuarios analizar muestras con componentes de mayor o menor presencia en una única ejecución. Este excelente rendimiento responde a las crecientes demandas de aumento de productividad y mayor rentabilidad, tanto sobre el terreno como en el laboratorio.

El control neumático digital minimiza las variaciones en el nivel de especialización del operario y mejora la regularidad instrumento-instrumento y análisis-análisis. La conexión de red de área local (LAN) ofrece el control y acceso remotos al sistema. Los clientes tienen la opción de elegir modelos pre-configurados o personalizados, listos para la instalación y su posterior utilización. Los expertos en aplicaciones de Agilent ofrecen soporte técnico en la configuración, la instalación y las aplicaciones en curso del sistema.

Para obtener información detallada, póngase en contacto con una oficina de ventas Agilent o un distribuidor Agilent autorizado, o visite la web de Agilent en [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).

### Acerca de Agilent Technologies

Agilent Technologies Inc. (NYSE: A) es líder mundial en tecnologías de comunicaciones, electrónica y cuidado de la salud. Sus 39.000 empleados atienden a los clientes en más de 120 países. Durante el ejercicio fiscal de 2001, la facturación neta de Agilent ascendió a 8.400 millones de dólares. Para más información acerca de

Agilent Technologies, visite la web en la dirección [www.agilent.com](http://www.agilent.com).

Es posible tener acceso y descargar comunicados de prensa, fotografías y otras informaciones en los expositores de noticias de Análisis Químico y Biociencia de Agilent Technologies en [www.agilent.com/about/newsroom/lifesciences/](http://www.agilent.com/about/newsroom/lifesciences/) y [www.agilent.com/about/newsroom/chemical/](http://www.agilent.com/about/newsroom/chemical/).

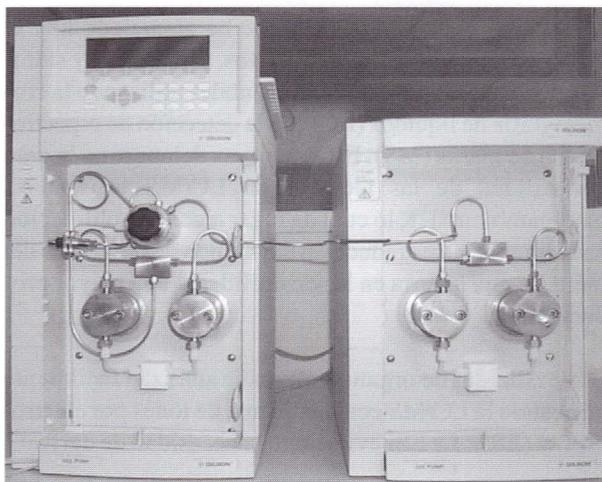
Agilent Technologies  
Grupo de Análisis Químico  
Ctra. N-VI, Km 18.200  
28230 Madrid



### NUEVAS BOMBAS PREPARATIVAS GILSON 333 Y 334

Ideales para bombear caudales altos con elevada precisión y exactitud en HPLC preparativo y plantas piloto, entre otras aplicaciones.

En técnicas de HPLC preparativo con high-throughput, los sistemas Gilson que montan las bombas de la serie 33x permiten aislar en cada inyección 0,15 gramos de muestra empleando columnas de 20 mm de diámetro o 15 gramos con columnas de 100 mm de diámetro.



Las bombas Gilson de la serie 33x permiten trabajar con flujos máximos de 200 ml/min, pero también con flujos analíticos a partir de 0,05 ml/min, lo cual las hace particularmente útiles en técnicas de escalado (scale-up). Su límite máximo de presión de trabajo es de 60 Mpa y su reproducibilidad es excelente, mostrando valores de coeficiente de variación menores al 0,5% en técnicas isocráticas y menores del 0,7% con dos disolventes (gradientes).

### **GILSON, INC ANUNCIA SU UNION CON OMNILAB BIOSYSTEMS AG.**

Dos proveedores de soluciones farmacéuticas y tecnológicas unen sus fuerzas y confirman su acuerdo en el mercado suizo.

Middleton, WI. 14 enero 2002- Gilson, Inc anuncia su union con Omnilab Biosystems AG, Gilson ha conseguido ser un importante inversor y accionista en Omnilab Biosystems AG. Esta colaboración es la progresión lógica de una relación de negocio que comenzó en enero de 1995. Para enfatizar esta relación, desde Enero de 2002, Omnilab Biosystems se llamará Gilson (Schweitz)AG.

Gilson (Schweiz) continuará distribuyendo los productos en Suiza y estará especializado en ventas, servicio y soporte en las líneas de manejo manual de líquidos, automatización y robótica dentro de los mercados de genómica, proteómica y desarrollo de nuevas moléculas.

Con la integración de Gilson (Schweiz) AG dentro del grupo Gilson International B.V. y de la red mundial de Gilson, el mercado suizo se beneficiará de una mejor comunicación entre las áreas de investigación y fabricación así como de la llegada y desarrollo de las nuevas tecnologías de Gilson Inc.

Omnilab AG, empresa del grupo de Omnilab Biosystems AG, seguirá siendo una compañía totalmente independiente, y continuará focalizado sus actividades de ventas al margen de la línea de productos de Gilson.

#### Information:

Gilson International B.V.  
OmniLab Biosystems AG  
Laan van 's-Gravenmade 80  
Uiterste Bahnhofstrasse 14  
2289 DB Rijswijk  
CH-8932 Mettmenstetten  
The Netherlands  
Switzerland

Persona de contacto: Jim Fenster  
Persona de contacto: Tony Menna

Tel. (31-70) 307 3600  
Tel. (41-1) 768 56 00  
Fax.(31-70) 307 3699  
Fax (41-1) 768 23 21  
E-mail: gilsoninternational@gilson.com  
E-mail: omnilab@omnilab.ch

#### Información sobre Gilson ,Inc:

Gilson, Inc (con central en Middleton, Wisconsin, USA) es fabricante líder en pipetas especiales, e instrumentación para los mercados de genómica, proteómica y desarrollo de nuevas moléculas. Gilson ha desarrollado en exclusiva una línea de instrumentación especialmente diseñada para incrementar la calidad y el rendimiento, mejorando y al mismo tiempo reduciendo los tiempos de análisis. Para una mayor información sobre Gilson internacional B.V. y las soluciones ofrecidas por Gilson, Inc puede dirigirse a la página Web <http://www.gilson.com>.

### **GILSON, INC. EMPRENDE UN NUEVO PROYECTO, GILSON INTERNATIONAL B.V.,**

Dirigido exclusivamente al mercado europeo

MIDDLETON, WI. – 2 de Enero de 2002 - Gilson, Inc. emprende un nuevo proyecto, Gilson International B.V., una compañía que ofrece a más de 50 años de experiencia en manejo de líquidos. La nueva empresa tiene su central corporativa en Rijswijk, Holanda, con oficinas y profesionales en diferentes países de Europa.

Desde el 1 de Enero de 2002, Gilson International B.V. ofrecerá venta directa, servicio, y soporte localmente para todas las pipetas e instrumentos Gilson en:

- Austria
- Bélgica
- Francia
- Alemania
- Italia
- Luxemburgo
- Holanda
- Portugal
- España

Con la introducción de la pipeta de volumen variable de alta precisión Pipetman®, Gilson revolucionó el laboratorio. Gilson International B.V. continua esta tradición ofreciendo una destacada línea de productos de gran calidad e innovadores, a los laboratorios farmacéuticos y de biotecnología en Europa, incluyendo:

- Productos de Manejo Manual de Líquidos [Pipetman®, Microman, DistriMan, la NUEVA Pipetman® Ultra, y todos los consumibles, piezas, accesorios y servicio relacionado (calibración y reparación)]



- Sistemas Analíticos (HPLC, Muestreadores, y Colectores de Fracciones)
- Sistemas de Automatización (productos Gilson y Cyberlab)

*“Durante más de 50 años, Gilson se ha dedicado a fabricar instrumentos que incrementan el rendimiento, la calidad, y la productividad en el laboratorio”* ha comentado Daniel J. Maffet (COO, Gilson, Inc.). Estamos orgullosos de ofrecer a nuestros clientes un servicio y soporte eficaz y adecuado en tiempo para nuestros productos. *“Gilson ofrece ahora este nivel de calidad, servicio, y soporte directamente a Europa a través de Gilson International B.V.”*

Gilson International B.V. Información de contacto:

Gilson International B.V.  
Laan van 's-Gravenmade 80  
2289 DB Rijswijk The Netherlands  
Jim Fenster; Director General Europeo  
Tel. +31 (0)70 307 3600 Fax. +31 (0)70 307 3699  
E-mail: [gilsoninternational@gilson.com](mailto:gilsoninternational@gilson.com)

Información sobre Gilson, Inc.:

Gilson, Inc. (con su central en Middleton, Wisconsin, USA) es un fabricante líder en pipetas especializadas e instrumentos para la Genómica, Proteómica, y mercado farmacéutico. Gilson ha desarrollado una línea exclusiva de instrumentación específicamente diseñada para incrementar el número de análisis, la productividad, y mejorar la calidad de los ensayos. Una información más detallada de Gilson International B.V. y de las soluciones ofrecidas por Gilson, se puede encontrar en <http://www.gilson.com>.

Pipetman y Pipetman Ultra son marcas registradas de Gilson Inc.

Para más información

Gilson International B.V. (Sucursal en España)  
Avenida de Castilla, 1 (N-II, Km. 17)  
Oficina módulo 12  
28830 San Fernando de Henares (Madrid)  
Telf: 91 678 17 72  
Fax: 91 656 99 68  
[www.gilson.com](http://www.gilson.com)



REACTIVOS

Scharlau, S.L.

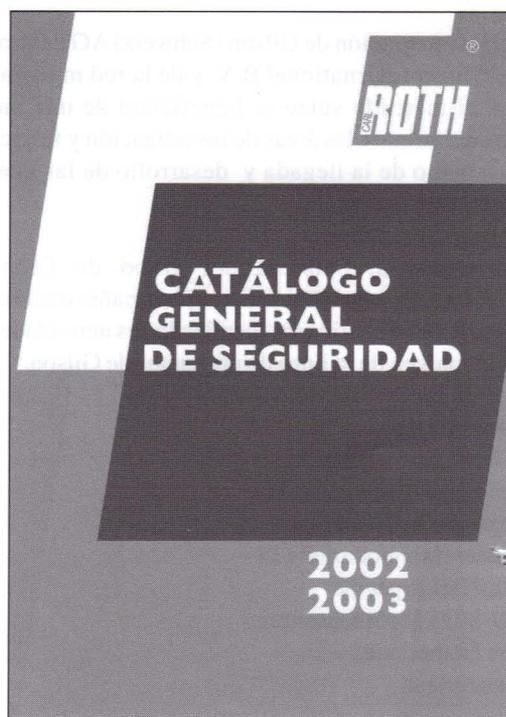
### NUEVO CATÁLOGO GENERAL DE SEGURIDAD

Carl Roth, S.L., empresa especializada en el suministro integral de material de seguridad ha editado un nuevo Catálogo General de Seguridad.

Desde la edición del primer catálogo de Carl Roth, S.L. en 1991, nuestra compañía se especializó en el suministro de material de seguridad para el laboratorio. Desde entonces, y especialmente durante los últimos 4 años, nuestra oferta de productos no ha parado de crecer al mismo tiempo que hemos mejorado nuestra Calidad de Servicio.

Con este nuevo catálogo, nos presentamos ahora también al mercado industrial, con la mas amplia oferta y la mejor Calidad de Servicio que garantice a nuestros clientes tener cubiertas las necesidades de material de seguridad.

Nuestro compromiso con nuestros clientes es ofrecerles un amplio programa de suministro, con productos de reconocida calidad y con la mejor relación precio-Calidad de Servicio.



En Carl Roth, S.L. entendemos por Calidad de Servicio, el conjunto de actividades que desarrollamos para garantizar una atención personal y profesional a nuestros clientes en todos sus contactos con nosotros así como un amplio stock y un plazo de entrega de 24/48 h para la mayoría de nuestros productos. Así mismo, colaboramos con nuestros clientes ofreciéndoles herramientas que faciliten su labor diaria como son:

- la edición de catálogos y publicaciones técnicas,
- el asesoramiento en la selección de EPI's y otro material de seguridad,
- línea 900 gratuita para la gestión de pedidos,
- página Web donde realizar compras electrónicas y consultas,
- participación en conferencias, cursos formativos y otros actos organizados por nuestros clientes
- la organización y participación de seminarios sobre seguridad,
- etc.

Carl Roth, S.L. garantiza la calidad de todos sus artículos. Por ello hemos seleccionado en este catálogo, algunos de los artículos más adecuados para sus necesidades entre los mejores fabricantes del mercado. Disponemos de una amplia oferta de productos pero si no encuentra en este catálogo lo que necesita, consúltenos seguramente podremos ofrecérselo.

CARL ROTH, S.L.  
C/La Jota 86  
08016 BARCELONA

Tel.: 900101898  
Fax.: 900502935  
www.carlroth.com  
e-mail: consulta@carlroth.com

Para más información por favor contacte con:

CARL 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



**VERTEX**

Technics S.L.

## NUEVO CROMATÓGRAFO IÓNICO DIONEX ICS-90

El nuevo ICS-90 es un sistema integrado de Cromatografía Iónica concebido para el análisis rutinario de iones. De un solo canal, podríamos definirlo como el más eficaz para aplicaciones isocráticas.

La excelente relación calidad/precio diferenciará al ICS-90 de cualquier otro sistema con supresión electrolítica ya existente.

Su aspecto recuerda al analizador de iones DX-80 pero a diferencia de él, posee una mayor flexibilidad y versatilidad. Además de su enorme sencillez, posee otras características que le hacen merecedor de ser una herramienta básica en los laboratorios de análisis:



## CARACTERÍSTICAS

### El equipo

El ICS-90 es el sistema más pequeño y flexible de cromatografía iónica disponible de Dionex. Su avanzada electrónica le proporciona la alta resolución necesaria en cuanto a detección por conductividad.

La célula DS5, con control de temperatura, proporciona una línea base estable y un bajo ruido de fondo. El resultado es un análisis seguro, fiable y de gran sensibilidad.

Todos los componentes de la bomba isocrática en contacto con el eluyente son químicamente inertes. Además tiene un único juego de válvulas de seguridad que minimiza los costes de mantenimiento.

Las instalaciones resultan realmente rápidas ya que la comunicación USB es del tipo "plug & play". El ICS-90 es el primer módulo de cromatografía iónica de Dionex que proporciona una comunicación USB y establece la norma para las futuras comunicaciones entre equipos.

Su rango de flujo es variable, desde 0,5 a 2,0 ml/min. Cubre un amplio rango de aplicaciones isocráticas tanto para aniones como cationes. El ajuste manual le proporciona la precisión que se necesita.

También incorpora una nueva válvula Rheodyne PEEK de inyección.

El Cromatógrafo Iónico ICS-90 se destaca del resto de equipos del mercado por su fácil acceso a componentes internos y conexiones, así como un bajo coste de mantenimiento.

#### Software de control

El software de control PeakNet 6, le confiere una total funcionalidad y una alta capacidad. Con la incorporación al ICS-90 del nuevo protocolo de comunicación USB, se ofrece la posibilidad de configurar el sistema en tan sólo unos minutos.

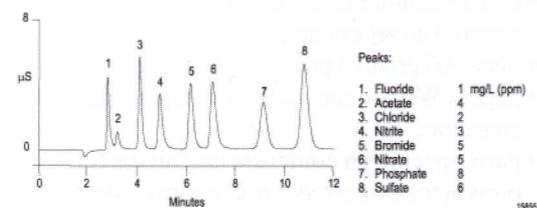
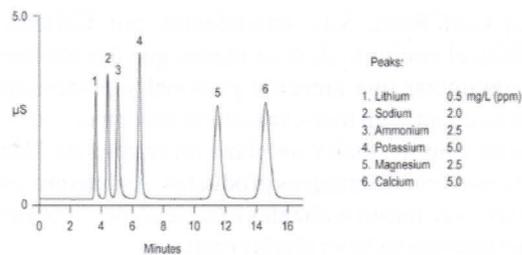
La posibilidad USB "plug & play" permite y posibilita el control automático de detección de un nuevo módulo, pudiendo el usuario añadirlo a su configuración en minutos.

#### Sistema de separación

El ICS-90 es compatible con la mayoría de las columnas de aniones y cationes de que dispone Dionex. Esta flexibilidad en la selección de columnas y aplicaciones es otro atributo más del ICS-90.

#### Columnas Aniones (3 y 4 mm):

- IonPac AG4SC, AG9-HC, AG12A, AG14, AG14A, AG14A.
- IonPac AS4SC, AS9-HC, AS12A, AS14, AS14A, AS14A.



#### Columnas Cationes (3, 4 y 5 mm):

- IonPac CG12A, CG16.
- IonPac CS12A, CS16.

#### Detección

Por Célula de conductividad bipolar termostatazada, proceso de señal digital.

#### Automatización

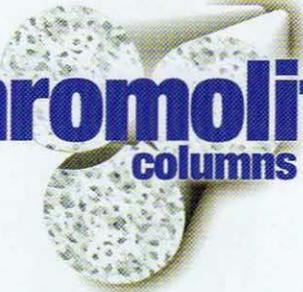
Se le puede acoplar el automuestreador AS40 para la inyección automática de muestras.

#### Dimensiones y Peso

33 x 24 x 40 cm. (Alto x Ancho x Fondo).  
10 Kg.

En VERTEX pensamos que el nuevo ICS-90 responde a lo que cabría esperar de un producto Dionex. Nosotros estaremos encantados de poder actualizar toda la información que necesite y le ofrecemos nuestro catálogo Analítica y Técnicas Preparativas. En él podrá encontrar los equipos más actuales en el campo del análisis cromatográfico (Iónica y HPLC) y técnicas preparativas afines (extracción, digestión, evaporación y concentración). instar

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



# Chromolith

columns

# MERCK

## Descubra los secretos de una nueva era en cromatografía



# Chromolith

columns

**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 más información:

**VWR**   
INTERNATIONAL

Apartado 48 - 08100 Mollet del Vallés (Barcelona)

Tel. 93 565 55 60 Fax 93 544 02 87



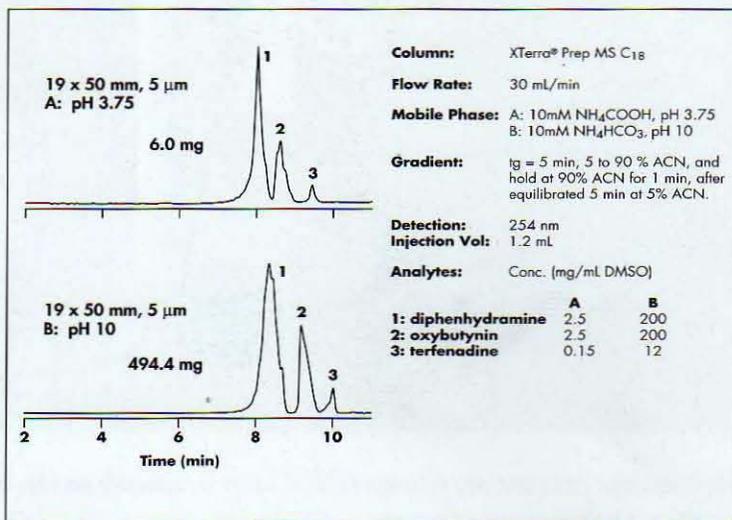
## Aptenodytes forsteri—Rompiendo barreras en capacidad.

Rompiendo barreras en capacidad de almacenamiento, el pingüino emperador come vorazmente durante el verano – en ocasiones hasta doblar su propio peso. Todo el exceso de comida se almacena en un enorme pliegue de su vientre de forma que – sin ningún alimento adicional – es capaz de cuidar y alimentar a sus crías durante el crudo invierno Antártico a temperaturas por debajo de los 60° C.

## Columnas XTerra® Prep—Rompiendo barreras en capacidad preparativa.

Rompiendo barreras en capacidad de carga en HPLC preparativa, las columnas XTerra® Prep permiten cargar hasta 60 veces más compuesto que las columnas basadas en sílice tradicionales. La fase estacionaria diseñada específicamente para HPLC preparativa – permite trabajar a pH entre 1 y 12, y con mayor carga en la columna. Y por ser XTerra®, ofrecen la mejor simetría de pico y mayor duración de las columnas.

La naturaleza ha dotado al pingüino emperador con la capacidad de carga necesaria para sobrevivir en el Antártico. La tecnología de partícula híbrida proporciona a las columnas XTerra® Prep la capacidad de carga necesaria para cumplir con las demandas de los científicos más exigentes en HPLC preparativa.



Cargar 60X más cantidad de compuesto

En la purificación de compuestos básicos, poder trabajar por encima de su pKa aumenta de forma significativa la cantidad de material que puede ser cargado en la columna.

©2002 Waters Corporation. XTerra, Waters y c.shop son marcas registradas de Waters Corporation. \*Pendiente de patente

**XTerra®**  
PREP COLUMNS

www.waters.com  
Online Store c.shop.waters.com

Waters