

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

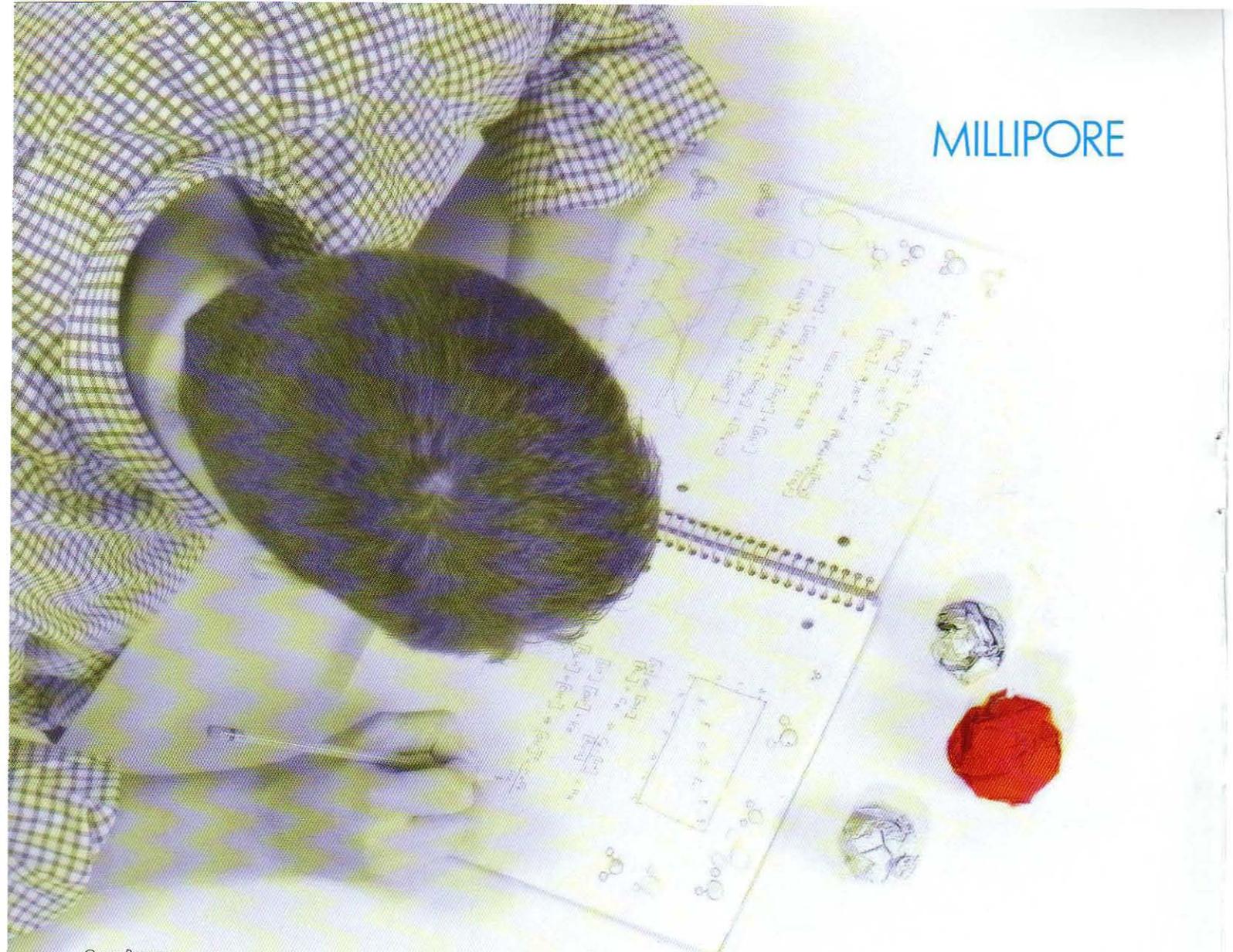
SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

BOLETIN DE LA SECYTA

VOLUMEN 24, NÚM. 1 (2003)

WWW.SECYTA.ORG

24



MILLIPORE

Oscar Rogero

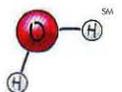
Application Specialist

Lab Water Division, España

De la pasión al compromiso

Oscar Rogero era estudiante cuando tomó conciencia de lo importante que es disponer de agua de calidad constante para la investigación. Su interés inicial se ha transformado en verdadera pasión, y ahora, como miembro del equipo de purificación de agua de Millipore, trabaja conjuntamente con cada uno de sus clientes en España para definir soluciones en respuesta a cada una de sus necesidades de purificación de agua. Todo Millipore comparte la pasión de Oscar por la purificación de agua. Esta pasión nos anima constantemente, donde y cuando quiera que trabajemos, ofreciéndole asistencia personalizada para responder a sus necesidades específicas.

Millipore pone a su disposición una gama completa de sistemas de purificación de agua para satisfacer todo tipo de aplicaciones, desde el tratamiento previo hasta la ultrapurificación final. Añamos una profunda experiencia en técnicas de laboratorio y la utilización de los últimos avances tecnológicos, ofreciéndole un servicio completo para cumplir los requisitos específicos de sus aplicaciones, acompañándole paso a paso.



Para obtener información adicional sobre los sistemas de purificación de agua de Millipore, contactenos:

Tel: +33-901 516 645 Fax: +33-902 011 644 E-mail: H2O@millipore.com Web: www.millipore.com/H2O

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, junio de 2003 Vol. 24, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

INDICE

2 EDITORIAL

ARTÍCULOS

- 3 Técnicas de absorción de compuestos orgánicos volátiles, *por Diego Esteban*
14 En memoria de Tswett. 100 años de cromatografía, *por Coral Barbas y F Javier Rupérez*

NOTICIAS DE LA SECyTA

- 21 La 3ª Reunión Científica de la SECyTA
21 Nota de la redacción
22 Premios
22 Nuevos socios

INFORMACIONES

- 23 Calendario de actividades
24 Congresos celebrados

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

- 26 Artículos de interés

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

- 27 Novedades técnicas

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

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

Comité Editorial: M.de Frutos, M.L.Marina, I. Martínez Castro

Depósito legal: M-1902-1975

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

Diseño de portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

El editorial que me propongo escribir es el último de una serie que puntualmente he redactado durante los últimos años con la finalidad de dar cumplida información de los avatares de nuestra sociedad desde que en 1996 resulté elegida Presidenta del GCTA. He consumido dos mandatos, los primeros años como presidenta del GCTA y los dos últimos como responsable de la SECyTA. En los Estatutos de esta última sociedad, establecimos que la mitad de los miembros de la Junta de Gobierno y entre ellos el Presidente, el Secretario y un Vicepresidente cesarían en sus funciones a los dos años de aprobados los Estatutos para a partir de aquel momento, celebrar alternativamente cada dos años elecciones a la mitad de los cargos de la Junta de Gobierno. El momento ha llegado y por ello, os comunico que habrá elecciones en la próxima Asamblea que se celebrará en el marco de la 3ª Reunión de la SECyTA que tendrá lugar del 19 al 21 de noviembre en Almería.

En este editorial de despedida, me gustaría comentar algunos temas que a mi entender han sido importantes durante el periodo que he ostentado la presidencia. Algunos de estos temas se refieren a aspectos de la vida de nuestra sociedad que han requerido una atención preferente, algunos nos han proporcionado satisfacciones y alegrías, mientras que otros han sido difíciles de resolver aunque espero de vuestra condescendencia que las soluciones adoptadas os parezcan aceptables. En primer lugar, quisiera referirme a la celebración del vigésimoquinto aniversario del GCTA que a mi entender fue una efeméride importante en la vida de la sociedad. En enero de 1998 se cumplieron 25 años de la primera junta general del GCTA lo que celebramos en nuestra reunión anual que en aquella ocasión tuvo lugar en Lugo. No quisiera en este momento hacer referencia al desarrollo de la reunión ni a los numerosos recuerdos que no hay duda, tienen todos los asistentes a la misma, tan solo quisiera indicar que una sociedad que ha pervivido durante más de 25 años manteniendo un alto nivel de comunicación y me atrevería a decir de amistad, entre los socios se merece en este momento un cálido recuerdo.

Durante la mayor parte de los años de mi presidencia del GCTA, hubo un tema reiterativo que se trató en numerosas reuniones de la Junta de Gobierno y que era nuestra relación con la Real Sociedad Española de Química (RSEQ). Cuando accedí a la presidencia del GCTA ya se había planteado la posibilidad de separarnos de la RSEQ aunque algunos miembros se mostraban algo reticentes y optamos por intentar establecer unas relaciones fluidas que nos permitieran plantear los problemas que a nuestro juicio existían y llegar a encontrar una fórmula de compromiso que pudiera satisfacer a ambas sociedades. Por desgracia, aunque se consiguieron algunos acuerdos que en algunos momentos nos permitieron albergar esperanzas en cuanto a la posibilidad de encontrar un sistema de engarce del GCTA en la RSEQ, al final esto resultó ser imposible y optamos por la creación de una nueva sociedad, la SECyTA cuya primera reunión se celebró en Valencia en Abril del año 2000. Me gustaría que todos los miembros de la SECyTA compartan conmigo la satisfacción de haber conseguido crear la nueva sociedad sin que surgieran problemas adicionales con la RSEQ y habiendo mantenido un número elevado de socios del antiguo GCTA. He dicho ya algunas veces que la SECyTA es la legítima heredera del GCTA y que como tal ha incorporado su buen hacer y los logros conseguidos desde su creación en 1973 hasta su desaparición en el año 2000.

Otro tema de interés para nuestra sociedad es reciente y tiene que ver con uno de los objetivos de la SECyTA, en concreto con el establecimiento de relaciones con otras sociedades que persiguen fines similares a la nuestra. En esta línea y como ya os comenté en el último Boletín, el año pasado en Leipzig en el marco del 24th International Symposium on Chromatography se fundó la European Society of Separation Sciences (EuSSS) y se establecieron sus fines. Nuestra sociedad acordó en la última asamblea celebrada en Barcelona el pasado mes de noviembre adscribirse a la Sociedad Europea la cual se ha presentado en el reciente HPLC 2003 que tuvo lugar el pasado mes de Junio en Niza. No tengo ninguna duda de que en un futuro esta nueva sociedad va a ser un marco en el cual podremos intercambiar experiencias e información con nuestros colegas europeos. En la línea de las relaciones internacionales me cabe además la satisfacción de señalar que el número de españoles que han asistido al HPLC 2003 ha sido de 70. Un número elevado que no sé si responde a mi invitación en el último editorial pero que en cualquier caso no dudo en celebrar ya que ha sido una constante de nuestra sociedad el animar a los socios a presentar los resultados de sus investigaciones en foros internacionales. Los trabajos presentados versaban sobre distintos aspectos y aplicaciones de las técnicas de separación que abarcaban desde temas de tratamiento de muestra a aplicaciones de la quimiometría a problemas de separación pasando por toda la familia de técnicas de separación. No tengo ninguna duda que este es el camino a seguir y espero y confío que en un futuro la actuación de la SECyTA permita seguir en esta línea que tantos buenos frutos está dando.

Hablando del futuro quisiera volver al tema de las elecciones. Como he comentado previamente, éstas se van a celebrar en Almería y desde aquí quisiera animar a los socios a presentarse para ocupar los distintos cargos que deben elegirse. El próximo mes de septiembre el Secretario enviará una carta convocando formalmente las elecciones y dando plazos y normas para el voto. De todos modos, aprovecho la oportunidad que me brinda este editorial, para indicar que como era norma del GCTA, la Junta de la SECyTA ha acordado que la Junta de Gobierno avale a todos los socios que quieran presentarse a las elecciones. Animo especialmente a los jóvenes a presentarse ya que es conveniente que haya cambios en la Junta y que se incorporen nuevas voces que puedan proponer nuevas líneas de trabajo y nuevos enfoques.

No quisiera terminar este editorial sin dar las gracias en primer lugar a los socios que pusieron su confianza en mí así como a los miembros de las diversas Juntas de Gobierno tanto del GCTA como de la SECyTA que han colaborado conmigo durante estos años. Especialmente quisiera mencionar a los vicepresidentes, tesoreros y directora y redactores del Boletín sobre los que ha recaído la mayor parte del trabajo y esfuerzos dedicados a garantizar la vida diaria y la buena marcha de nuestra sociedad. Además, en este momento me parece de justicia señalar mi especial agradecimiento al secretario, Xavier Guardino. De hecho, la dirección de la sociedad ha sido una obra conjunta de los dos, aunque haya sido la Presidenta quien de cara al público ha presentado los logros. Xavier ha sido un colaborador leal, esforzado y siempre dispuesto que me ha permitido disfrutar del cargo de presidenta del GCTA y de la SECyTA casi sin darme cuenta que lo era y es por ello, que en el momento de finalizar esta etapa me siento feliz de poder hacer una manifestación pública de mi reconocimiento.

No quisiera acabar estas palabras sin hacer un comentario sobre la próxima reunión que ya he indicado que se celebrará en Almería del 19 al 21 del próximo mes de noviembre. Este año nos ha parecido interesante volver al formato de congreso internacional y para ello contamos con la participación de un número elevado de colegas extranjeros ya que conjuntamente a nuestra reunión, se celebrará el 3rd Waste Water Cluster European Workshop. Una de las ventajas de celebrar un congreso internacional es que nos permite publicar un número especial del Journal of Chromatography, lo que para nuestra nueva sociedad, la SECyTA, que celebra su tercera reunión es un acicate importante y un buen carnet de presentación en el ámbito internacional. Por ello, animo a los socios de la SECyTA a participar en la reunión de Almería donde espero saludar a todos personalmente.

M. T. Galceran
Presidenta de la SECyTA

ARTICULOS

Técnicas de absorción de compuestos orgánicos volátiles

Diego Esteban

Instituto de Química Orgánica General (C.S.I.C.)

Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid

INTRODUCCIÓN

La necesidad de determinar cualitativa y cuantitativamente compuestos orgánicos volátiles (VOCs) es una demanda cada vez más importante en sectores tan diversos como la industria alimentaria, la industria farmacéutica, el control medioambiental o la industria de los perfumes. Para su análisis se precisa de técnicas instrumentales capaces de resolver mezclas complejas de manera rápida, sensible y precisa. La cromatografía de gases (GC) cumple estos requisitos, y su acoplamiento con la espectrometría de masas (GC/MS) complementa las limitaciones en la determinación cualitativa por GC.

La etapa más delicada en el análisis de VOCs radica en la preparación de la muestra, donde se separan estos compuestos de la matriz de la muestra para introducirlos en la columna cromatográfica. Esta etapa, denominada fraccionamiento, puede realizarse mediante distintas técnicas; según se seleccione una u otra se aislarán compuestos de muy distinta volatilidad y polaridad.

En los últimos años ha surgido un grupo de nuevos dispositivos para fraccionar VOCs que se basan en la absorción sobre un material extractante. Sus ventajas sobre el resto de las técnicas se resumen en su sencillez y sensibilidad. En este artículo se presenta una revisión de las diferentes técnicas de fraccionamiento de VOCs, prestando especial atención a aquellas que se fundamentan en la absorción.

TÉCNICAS DE FRACCIONAMIENTO

Las técnicas de fraccionamiento aplicables al análisis de VOCs presentan gran diversidad de fundamentos y modos de funcionamiento. Para su selección se han de tener en cuenta su disponibilidad y características. A continuación, se presenta un resumen de las más importantes de estas técnicas.

Las técnicas de extracción con disolventes se basan en la polaridad de los compuestos presentes en la muestra. La afinidad entre analito y disolvente dependerá de sus polaridades; por lo tanto habrá un rango de compues-

tos que no serán extraídos por un disolvente concreto. Una gran cantidad de compuestos volátiles tiene baja polaridad y eso hace que se puedan extraer en su mayoría usando disolventes apolares. Se pueden hacer extracciones de matrices sólidas, líquidas o gaseosas. Para optimizar la extracción se puede recurrir a técnicas más complejas como *Soxhlet*, donde se requiere un calentamiento de los VOCs, por lo que presenta el inconveniente de no poderse aplicar a compuestos termolábiles. Otra técnica basada en la extracción con disolventes, y que sorprende por su aparente sencillez es la llamada *Single-Drop*. Este técnica consiste en la puesta en contacto de la muestra con una gota de disolvente que pende de una jeringa de inyección de cromatografía de gases. Sin embargo, su escasa aceptación es fruto de sus desventajas, como por ejemplo la inestabilidad de la gota, y de la complejidad operacional que conlleva (1-3).

Estas técnicas que se basan en el uso de disolventes, generalmente son fáciles de utilizar y asequibles, sin embargo precisan de disolventes de elevada pureza y pierden los compuestos más volátiles en la etapa de preconcentración, cuando sea necesaria para aumentar la sensibilidad. Por ello, son técnicas indicadas para extraer compuestos de media o baja volatilidad.

La extracción con fluidos supercríticos (SFE) (4,5) empieza a cobrar importancia a partir de las recomendaciones realizadas a principios de los 90 en materia de medio ambiente por organismos como EPA, SARA, RCRA o por el protocolo de Montreal (5) que abogan por la supresión o reducción del empleo de disolventes orgánicos en grandes cantidades. La SFE usa fluidos que se basan en los mismos fundamentos de extracción por los que se rigen los disolventes orgánicos habituales. Su aplicación al análisis de VOCs es muy extensa (6). Su gran inconveniente es el alto costo de la instrumentación. Las ventajas que presenta derivan de la utilización de fluidos supercríticos como agentes extractantes que en realidad se comportan como auténticos disolventes. Estos fluidos actúan en parte como gases y en parte como líquidos, aunando las ventajas que ofrecen ambos estados físicos para la extracción. Además resultan mucho menos nocivos desde el punto de vista medio ambiental, tanto por su naturaleza como por su cantidad.

Otra manera de conseguir fraccionamientos de VOCs es mediante las *técnicas de destilación*. En este caso el fraccionamiento se producirá según la volatilidad de los compuestos. Por eso estas técnicas no extraen compuestos de volatilidad baja aunque tampoco son buenas para recuperar los analitos de volatilidad alta por el inconveniente que supone la etapa de preconcentración. La necesidad de calentamiento de la muestra hace que los compuestos recuperados deban ser termoestables.

La *extracción-destilación simultánea (SDE)* (7) conjuga tanto extracción con disolventes como destilación, y por lo tanto, su capacidad de extracción depende de la volatilidad y de la polaridad de los compuestos.

La *inyección directa del vapor* confinado en un recipiente destaca por su sencillez y rapidez. Sin embargo, la poca sensibilidad obtenida con esta técnica es manifiesta. Por este motivo, se han diseñado técnicas que tratan de solucionar este aspecto manteniendo algunas de sus ventajas.

Entre las posibilidades estudiadas, destaca el *arrastré con gas inerte* de los compuestos volátiles presentes en muestras sólidas, líquidas y gaseosas. Se pueden arrastrar los vapores liberados de un sólido que se calienta (desorción térmica directa) o utilizar un burbujeo de gas inerte en un líquido caliente, o recircular los compuestos presentes en una muestra gaseosa. Las técnicas automáticas que se fundamentan en el arrastre con gas inerte son la desorción térmica automática (ATD) (8) y el "Purge & Trap" (P&T, arrastre automático con gas inerte) (9,10). Su automatización y la ausencia de disolventes orgánicos son características destacables, pero la más importante es la sensibilidad de la técnica debido a la extracción dinámica seguida de preconcentración en una trampa fría que contiene un material extractante. Se emplean sobre todo con compuestos de alta y media volatilidad.

Otro grupo de técnicas similar al anterior es el que usa un material extractante no sólo como elemento preconcentrador sino también como elemento de fraccionamiento. La puesta en contacto de estos materiales con el vapor confinado de una muestra o con una muestra líquida, hace que se produzca una extracción desde la muestra hacia el material extractante de los compuestos con más afinidad hacia éste. Se obtienen excelentes resultados sobre todo para compuestos de volatilidad alta y media. Ejemplos de técnicas de este tipo que se usan ampliamente hoy en día son la microextracción en fibra capilar (SPME, solid phase microextraction) y extracción por absorción sobre barra agita-

dora tanto en contacto con una muestra líquida como en espacio de cabeza (SBSE, stir bar sorptive extraction y HSSE, headspace sorptive extraction respectivamente).

Entre las técnicas citadas anteriormente, las que no usan disolventes orgánicos, llamadas técnicas limpias, tienen las siguientes ventajas:

- El disolvente no interfiere con compuestos de volatilidad similar en su análisis por GC.
- La etapa de preconcentración evaporando el disolvente no es necesaria y así se evita la pérdida de compuestos de alta volatilidad así como la concentración de las impurezas existentes en los disolventes.

Algunas de estas técnicas usan un material extractante para concentrar la muestra, y otras además para fraccionarla. La introducción en el cromatógrafo de gases se realiza habitualmente mediante una rápida desorción a alta temperatura en corriente de gas inerte. La mayoría de ellas también pueden emplearse en la modalidad de extracción con disolventes, lo que les confiere una alta versatilidad.

Según el mecanismo de extracción de los VOCs, los materiales extractantes se pueden clasificar en absorbentes o adsorbentes. A continuación se analizarán las características de cada uno de estos mecanismos.

ABSORCIÓN vs ADSORCIÓN

La interacción entre analito y fase extractante puede transcurrir por un mecanismo de adsorción, cuando el analito se acumula en la superficie del extractante, o por reparto, cuando penetra en su interior (11). El primero de ellos es propio de extractantes sólidos, mientras que el segundo ocurre con líquidos o con sólidos que se comportan en parte como líquidos. Este último caso, recibe el nombre de absorción. Aunque aparentemente tanto la absorción como la adsorción funcionan de manera similar, su fundamento, sus mecanismos y sus resultados son totalmente dispares.

Se puede hablar de adsorción cuando los analitos se concentran fundamentalmente en la superficie del extractante en lugar de en todo su volumen. La adsorción es en la mayor parte de los casos un proceso exotérmico, ya que supone una disminución de la entropía al aumentar el orden del analito por su concentración sobre la superficie del adsorbente. Las interacciones analito-adsorbente son generalmente intensas. El equilibrio

muestra-adsorbente depende de las características de éste, incluyendo su superficie, y de la temperatura. Para un adsorbente, soluto y temperatura dados, la cantidad adsorbida varía con la concentración de soluto de acuerdo con diferentes modelos.

El reparto consiste en una distribución de los solutos entre dos fases. El equilibrio de esta distribución viene regulado por la constante de distribución K_C , relación de las concentraciones del soluto en ambas fases:

$$K_C = \frac{W_{i(S)} / V_{(S)}}{W_{i(M)} / V_{(M)}} \quad [1]$$

siendo $W_{i(S)}$ y $W_{i(M)}$ las cantidades del compuesto i en las fases estacionaria y móvil, y $V_{(S)}$ y $V_{(M)}$ los volúmenes de las fases estacionaria y móvil, respectivamente (12).

La ecuación [1] se cumple en condiciones de equilibrio, siendo los solutos más afines por el adsorbente los que tienen mayores constantes de distribución (13,14). Las interacciones que se dan en los procesos de absorción son más débiles que aquellas que se establecen entre analito y extractante en procesos de adsorción, y además la distribución del analito tiene lugar en todo el volumen del adsorbente. Este último punto es importante ya que de esta manera la concentración del analito en el material extractante será muy baja en la mayor parte de los casos. Si por el contrario, las concentraciones son demasiado elevadas pueden existir interacciones soluto-soluto que hagan variar K_C .

Los procesos de reparto suelen presentar la condición de dilución infinita, mientras que en adsorción, incluso antes de completarse la primera monocapa, ya se aprecian interacciones soluto-soluto. Por este motivo, una ventaja importante de la absorción es la ausencia de desplazamientos por grandes cantidades de agua o por otros analitos, ya que el reparto entre la matriz de la muestra y la fase adsorbente únicamente depende de la constante de distribución del soluto entre ambas fases, y ésta permanece constante por la propiedad de dilución infinita que presentan los adsorbentes. Dicho de otra manera, no hay competencia por un sitio activo sino que cada analito se reparte en el material según su afinidad sin que le influya la presencia de otro analito.

Otra singularidad de la absorción son las débiles interacciones que tienen lugar. Por lo tanto, la degradación de compuestos inestables se reduce drásticamente, además de minimizar las pérdidas de compuestos térmicamente lábiles al poder desorber a menor temperatura.

Una diferencia destacada en la aplicación práctica de ambos procesos, es la gran influencia que tiene el volumen de la fase en la absorción, mientras que la adsorción depende en gran medida de la superficie del material sin que tenga efecto alguno el volumen. De forma esquemática se puede apreciar esta diferencia entre absorción y adsorción en la figura 1. En la misma figura se distinguen dos tipos de adsorciones según el tamaño del poro, siendo más beneficiosa la adsorción sobre materiales con poros más estrechos y ramificados, ya que ofrecen más superficie que aquellos con poros de un mayor tamaño (13).

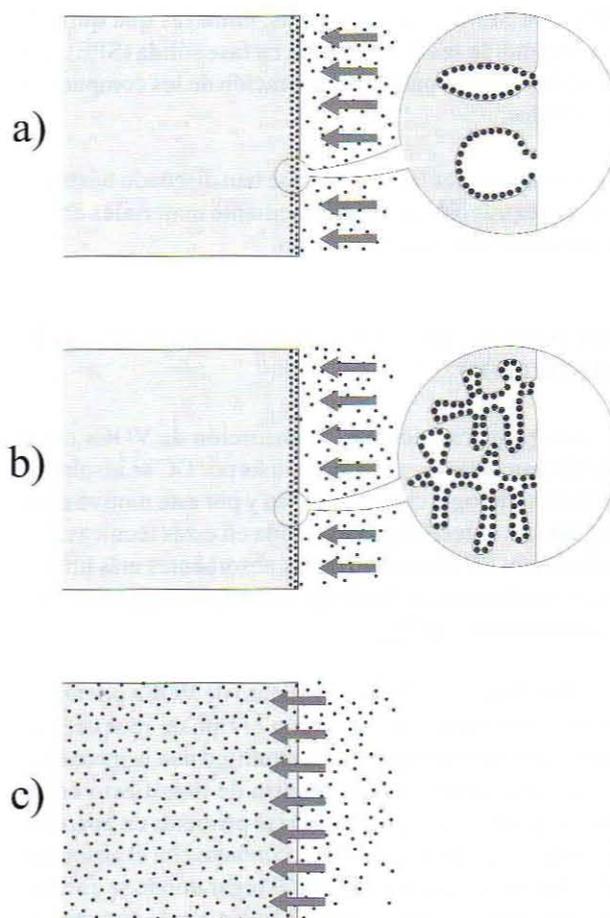


Figura 1. Esquema representativo de los mecanismos de: a) adsorción sobre un material con poros grandes, b) adsorción sobre un material con poros pequeños y ramificados, y c) absorción.

Los materiales adsorbentes han sufrido una gran evolución, desde los basados en el carbono o los polímeros orgánicos porosos de primera generación (Tenax) hasta los polímeros orgánicos de segunda generación tales como Lichrolut EN (Merck), Varian-ENV, Oasis (Waters),... A finales de los años ochenta se introduce el polidimetilsiloxano (PDMS), y se empiezan a descubrir las ventajas que muestra este material adsorbente sobre otros materiales adsorbentes (15-18). Hoy en día, los materiales adsorbentes más utilizados en SPME son PDMS y poliacrilato, presentando ambos propiedades y capacidades adsorbentes diferentes. El fraccionamiento por absorción ha tenido una gran aceptación principalmente a través de la SPME como técnica de extracción y aún continúa expandiéndose gracias a la aparición de nuevas técnicas basadas en los mismos principios.

Existen muchas técnicas instrumentales de fraccionamiento de VOCs mediante materiales adsorbentes. Entre ellas se pueden destacar técnicas limpias como la ATD, la P&T o la SPME. Otras técnicas, entre las que quizá la más extendida sea la extracción en fase sólida (SPE), utilizan disolventes para la recuperación de los compuestos adsorbidos.

Las diferentes técnicas que se han diseñado basándose en la extracción de VOCs mediante materiales adsorbentes se detallan a continuación.

TÉCNICAS DE FRACCIONAMIENTO POR ABSORCIÓN

Las primeras técnicas de absorción de VOCs como fraccionamiento previo a su análisis por GC se inspiraron en la metodología cromatográfica y por este motivo están basadas en la tecnología utilizada en estas técnicas. Por ejemplo, el PDMS es uno de los adsorbentes más utilizados y también una de las fases estacionarias más comunes para columnas capilares.

Las técnicas de fraccionamiento de VOCs por absorción se pueden clasificar según el tipo de muestreo en estáticas o dinámicas (19). La similitud con la metodología cromatográfica queda puesta de manifiesto en las técnicas dinámicas que fueron las primeras en aparecer. En ellas, la muestra se pone en contacto con el adsorbente al hacerla circular a través del lugar donde se encuentra éste, bien sea una columna capilar donde esté depositado o un tubo relleno de partículas del adsorbente. Una característica importante del muestreo dinámico es su volumen de escape o ruptura (breakthrough volume),

que es el volumen de muestra que se puede hacer circular a través de la trampa antes de que un determinado compuesto escape de la misma. Se considera que un compuesto ha empezado a escapar cuando la pérdida supera el 5-10%. De esta manera, el volumen de muestreo se ajustará en función de los compuestos que se desean recuperar. Un compuesto muy retenido permite hacer pasar un volumen de muestra superior al que permite un compuesto poco retenido antes de alcanzar su volumen de escape.

En el muestreo estático el extractante comparte el mismo espacio con toda la muestra durante el tiempo de muestreo. Acciones como la agitación o la sonicación de la muestra no confieren al muestreo el rango de dinámico ya que únicamente ayudan a alcanzar el equilibrio con mayor rapidez. Este tipo de muestreo supone una simplificación instrumental y por lo tanto, una mayor facilidad para su automatización.

A continuación se describen y evalúan las técnicas existentes para fraccionar VOCs usando absorción, distinguiendo entre técnicas dinámicas y estáticas. En la tabla I se resumen las principales ventajas e inconvenientes de cada una de estas técnicas.

Muestreo dinámico

Trampas capilares abiertas (OTT, *Open tubular traps*)

Se trata de uno de los primeros dispositivos diseñados para aprovechar las propiedades adsorbentes del PDMS. Ya en 1985 Grob y Habich (20) desarrollaron columnas capilares abiertas recubiertas de una película de fase estacionaria líquida para atrapar volátiles. Este tipo de trampas consiste en un capilar de alrededor de 1m de longitud y diámetro interno 320-530 μm , recubierto internamente con una capa de 5-20 μm de adsorbente (21,22). La introducción de los analitos en el cromatógrafo de gases se hace preferiblemente con desorción térmica (23,24) aunque también se puede recurrir a la extracción con disolventes (24).

La poca cantidad de fase estacionaria que posee cada trampa (10-17 μL) hace que sea una técnica poco sensible teniendo que emplear trampas de muchos metros de longitud para mejorarla (25) o aumentar el espesor de fase de manera drástica (26-28). Además el flujo a través del capilar es demasiado lento (hasta 10 mL/min), sobre todo para gases, y eso se refleja en el tiempo de muestreo.

Trampas capilares abiertas múltiples (*Multichannel OTT*)

Ortner y Rohwer (29) intentaron mejorar la técnica anterior introduciendo capilares múltiples. Emplearon como trampa un tubo de vidrio de 2 mm de diámetro interno relleno de finos tubos capilares de silicón de 165 μm de espesor de pared (figura 2). Existe una mejora en la cantidad de fase estacionaria absorbente (aprox. 200 μL), pueden aplicarse flujos mayores que en OTT y la desorción se puede realizar directamente en un inyector GC convencional. Los inconvenientes del OTT múltiple siguen siendo parecidos a los del OTT aunque se hubiera diseñado para mejorarlo (16). La limitación del flujo máximo es de 15 mL/min y debido a la geometría de la trampa no se consigue una retención cuantitativa de los analitos.

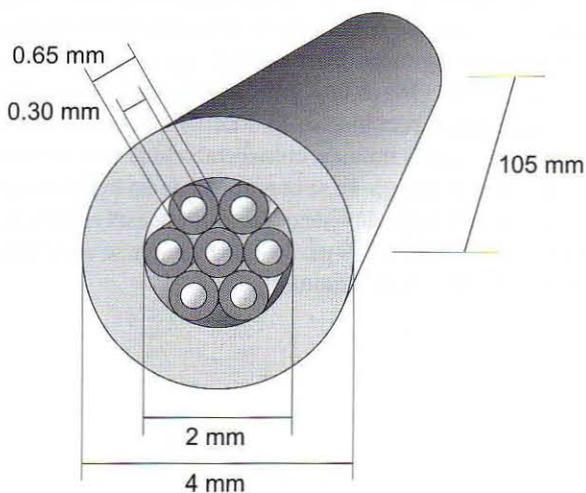


Figura 2. Esquema de un dispositivo de trampas capilares abiertas múltiples (OTT multicanal).

Tubos rellenos (*Packed beds*)

La introducción por parte de Baltussen et al. (15,30) de tubos rellenos permitió aumentar aún más la cantidad de absorbente (hasta 300 μL) y por lo tanto la sensibilidad, hasta obtener límites de detección en muestras de aire de 0.1 ng/m^3 (detector MS). Las dimensiones más comunes de estos tubos son unos 6 cm de longitud y un diámetro interno de 4 mm, relleniéndoles con partículas de 240-400 μm (31). Otra característica de estos tubos rellenos es que permiten usar flujos de hasta 2,5 L/min para gases y 100 mL/min para líquidos (16), lo que reduce considerablemente el tiempo de muestreo.

Aunque este nuevo dispositivo supone un gran avance, sobre todo en términos cuantitativos, tiene ciertos defectos de importancia como el difícil acoplamiento directo con GC o GC/MS ya que se recomiendan flujos de desorción muy elevados (30-300 mL/min) y principalmente la imposibilidad de muestrear compuestos de alta volatilidad en muestras líquidas ya que se pierden en la necesaria etapa de secado. El primero de estos inconvenientes puede solucionarse, bien usando una división de flujo elevada, lo que iría en detrimento de la sensibilidad, o bien usando complejos dispositivos de desorción con dos puntos de división de flujo y una trampa fría entre ellos.

Muestreo estático

Microextracción en fibra capilar (*SPME, Solid phase microextraction*)

Arthur y Pawliszyn presentan a principios de los noventa la SPME (32). Esta técnica usa un dispositivo a modo de jeringa (figura 3) que posee una fibra capilar retráctil, recubierta con una capa de 10-100 μm de espesor (0,1-1 μL) con una fase extractante absorbente o adsorbente, o con una combinación de ambas. Aunque con este nuevo diseño se reduce notablemente la cantidad de absorbente, la SPME ha tenido una gran aceptación gracias a su bajo coste, tiempos de muestreo reducidos y a su



Figura 3. Dispositivo de microextracción en fibra capilar (SPME).

sencilla aplicación, ya que el montaje para desarrollar el fraccionamiento es sencillo y la desorción térmica se realiza directamente en un inyector split/splitless cualquiera. Esta última característica contribuye además a la sensibilidad de la técnica ya que todo lo que se desorbe en el inyector puede pasar directamente a la columna sin tener pérdidas de ningún tipo excepto las derivadas de una división de flujo. Aún así, la sensibilidad de esta técnica es su punto más débil ya que, como antes se ha comentado, la cantidad de absorbente utilizada es pequeña.

Los modos de muestrear son variados pudiendo muestrearse líquidos, gases, volátiles de sólidos y pudiendo operar en espacio de cabeza, en inmersión directa o en inmersión haciendo uso de una membrana protectora para aquellos casos donde las muestras puedan dañar la fibra (13).

Firmas como Varian (33), CTC Analytics of Switzerland o SRI Instruments (34,35) han diseñado dispositivos capaces de automatizar la preparación de la muestra a través de SPME y su inyección en el cromatógrafo. Esto supone otra ventaja más de esta técnica tan versátil. La SPME destaca también por la posibilidad de usar diversos recubrimientos disponibles comercialmente, que pueden combinar mecanismos de absorción y adsorción.

Una variante de la SPME es la SPME hermética (gas-tight SPME) (25). La jeringa que se emplea en esta técnica es muy similar a la convencional de SPME con la singularidad de ser totalmente hermética excepto por su parte inferior. De esta manera, el muestreo se hace igual que en SPME pero en el interior de la jeringa queda confinado un volumen de 110 μL con los compuestos más volátiles de la muestra. El resultado es un aumento en la sensibilidad de los compuestos de mayor volatilidad.

Hoy en día existen distintos diseños basados en la SPME. Por ejemplo, la "SPME-in tube" o la "loop SPME-in tube" que se aplican básicamente en cromatografía de líquidos y están indicadas para compuestos no volátiles y/o térmicamente inestables (13).

Extracción dinámica en fase sólida (SPDE. *Solid Phase Dynamic Extraction*)

La SPDE (36) es una técnica muy similar a la SPME pero con alguna ventaja adicional. Emplea la misma cantidad de absorbente que la SPME. Este dispositivo consta igualmente de una especie de jeringa, pero esta vez sin fibra retráctil, que es usada para depositar en la pared interior de su aguja una capa de material absorbente. Tanto para muestras gaseosas como para muestras líquidas

el muestreo se hace subiendo y bajando el émbolo de la jeringa múltiples veces consecutivas. De esta manera el fluido muestreado entra y sale a través de la aguja recubierta poniéndose en contacto con la capa absorbente. A pesar de su nombre, esta técnica lleva a cabo un muestreo estático, ya que aunque hace pasar la muestra mediante bombeo a lo largo de la parte recubierta con absorbente, se establece un equilibrio en la distribución del soluto entre el absorbente y la matriz de la muestra. El movimiento de la muestra sólo contribuye a que se alcance el equilibrio en un periodo de tiempo más corto. Aunque hay varias empresas que comercializan este dispositivo, todavía existen pocas referencias bibliográficas que lo empleen por lo reciente del mismo.

Extracción por absorción sobre barra agitadora (SBSE. *Stir Bar Sorptive Extraction*)

La comprobación de que el teflón de un agitador magnético era capaz de retener parte de los compuestos de la muestra que agitaba, hizo pensar en el año 1999 a Baltussen et al. (16) en la posibilidad de utilizar un agitador magnético recubierto de PDMS como elemento extractante. Estos imanes, comercializados con el nombre de Twister (figura 4), se componen de un imán encapsulado en una funda de vidrio que a su vez está recubierta por una capa de 55 o 219 μL de PDMS según se usen imanes de 10 o 40 mm de longitud.

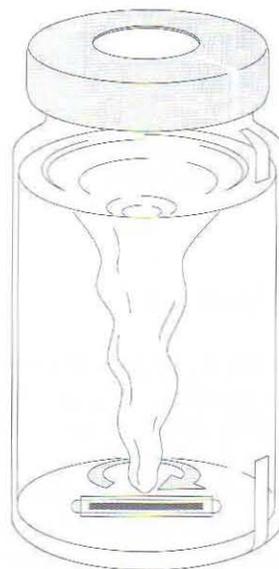


Figura 4. Dispositivo de extracción por absorción sobre barra agitadora (SBSE).

Una plataforma – infinitas posibilidades

El sistema de análisis automatizado bioanalizador Agilent 2100

www.agilent.com/chem/labonachip

E-mail: marcom_center@agilent.com

El bioanalizador Agilent 2100 es la única plataforma de la industria con capacidad para analizar ARN, ADN, células y proteínas. A través de la tecnología laboratorio-en-un-chip desarrollada con Caliper Technologies Corporation, el bioanalizador 2100 integra tratamiento de muestra, separación, detección y análisis de datos, en una plataforma. Descubra cómo puede mejorar su flujo de trabajo.



Paso 1. Aislamiento de ARN

Un análisis de expresión genética empieza por el aislamiento de ARN. Aunque es termodinámicamente estable, el ARN se degrada rápidamente en presencia de ARNasas. El control de calidad del ARN es crítico para obtener datos significativos de expresión genética. El bioanalizador Agilent 2100 y los kits LabChip® RNA 6000 son el estándar de la industria para el análisis de muestras de microarrays, tanto etiquetadas como no etiquetadas.

Una plataforma. Un flujo de trabajo. Un ejemplo.



Paso 2. Análisis de expresión genética

Una técnica muy utilizada para el análisis de expresión genética es la transcripción inversa (RT) PCR. Especialmente cuando se realiza en modo múltiple, es una herramienta muy poderosa para la medida de la expresión de múltiples objetivos genéticos. El bioanalizador Agilent 2100 y los kits LabChip DNA permiten medidas precisas de tamaño y concentración de productos PCR y RT-PCR. El amplio rango dinámico lineal permite la detección de bandas débiles cercanas a bandas fuertes, en reacciones RT-PCR múltiples.

Paso 4. Purificación de la proteína

En muchos casos la proteína debe purificarse para estudiar su función, estructura, enlaces con el sustrato e interacciones con otras proteínas. El bioanalizador Agilent 2100 y el kit LabChip 200 Plus permiten monitorizar y optimizar el proceso de purificación.

- Determina la concentración de la proteína y la pureza en fracciones de columna.
- Optimiza las condiciones de columna para obtener la pureza y el rendimiento más elevados.
- Determina rápidamente la capacidad de la columna para prevenir una sobrecarga.

Paso 3. Expresión de la proteína

Después de haber identificado por microarray y experimentos RT-PCR el gen de interés (involucrado con el cáncer u otra enfermedad), el paso siguiente es, a menudo, expresar la proteína en una célula, para conocer más detalles sobre su función biológica. Utilizando el bioanalizador Agilent 2100 con el accesorio de ensayo celular y el kit LabChip de fluorescencia de células, es posible verificar la eficacia de transfección y expresión proteica a nivel celular.

Para acceder a detallados ejemplos de aplicaciones, con animación, visite las páginas web: www.agilent.com/chem/labonachip

Ya disponibles:

NUEVO Kit Protein 50 LabChip

NUEVO Kit RNA 6000 Pico LabChip



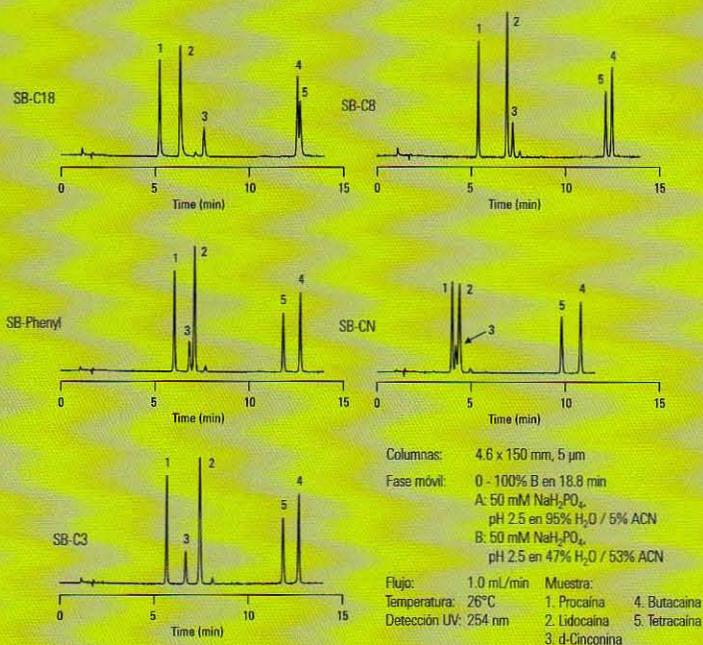
Agilent Technologies

dreams made real

Sólo porque se adapte,
no significa que sea un
Ajuste Perfecto

La química de ZORBAX con patente de Agilent
proporciona soluciones de Ajuste Perfecto para
sus aplicaciones HPLC.

Aplicaciones específicas requieren herramientas específicas. Las propiedades de las columnas HPLC Agilent ZORBAX ofrecen una estabilidad incomparable frente al pH y un rendimiento optimizado dentro de rangos específicos de pH. Como se observa en los cromatogramas, las fases Agilent ZORBAX StableBond son la solución perfecta para eluyentes ácidos y proporcionan distintas opciones de selectividad para optimizar su análisis. Contacte con Agilent si necesita asistencia en la selección de la columna HPLC ZORBAX adecuada. Siempre estamos preparados para ofrecerle nuestra experiencia.



Estos cromatogramas muestran la separación de un grupo de anestésicos en cinco columnas HPLC ZORBAX StableBond diferentes. La columna SB-C3 proporciona óptima selectividad y resolución para esta aplicación.

Visite nuestras páginas web para obtener más información sobre columnas y consumibles, además de aplicaciones como la anterior (5988-5500EN).

www.agilent.com/chem



Agilent Technologies

dreams made real

Tabla 1. Ventajas e inconvenientes de las técnicas de fraccionamiento de VOCs por absorción

TÉCNICA	VENTAJAS	INCONVENIENTES
OTT (Dinámica)	Trampa fácil de adquirir	Bajos flujos de muestreo Baja sensibilidad Desorción compleja
OTT Multicanal (Dinámica)	Sensibilidad Desorción térmica directa en el inyector	Bajos flujos de muestreo Trampa difícil de elaborar
Tubos rellenos (Dinámica)	Sensibilidad Altos flujos de muestreo	Análisis de volátiles en muestras líquidas Complejo acoplamiento con GC por los flujos de introducción de muestra
SPME (Estática)	Sencillez Bajo coste Versatilidad Automatización Fibras que combinan absorbentes con adsorbentes	Baja sensibilidad
SPDE (Estática)	Sencillez Muestreo más eficaz que SPME	Técnica nueva con falta de aplicaciones
SBSE (Estática)	Sensibilidad Automatización	Instrumentación cara
HSSE (Estática)	Sensibilidad Automatización	Instrumentación cara

Tabla 2. Aplicaciones de las técnicas de fraccionamiento de VOCs por absorción

TÉCNICA	APLICACIÓN	Nº DE CITA
OTT	Volátiles en plantas	39
	Drogas	40
OTT múltiples	Compuestos olorosos en aguas	29
	Aire ambiental	29,41
Tubos rellenos	Fenoles en aguas	42
	Aminas en muestras acuosas	43
	Pesticidas e hidrocarburos poliaromáticos (PAHs) en aguas	31
	Ftalatos en muestras de aire	44
	Nicotina en muestras de aire	45
SPME	Aguas para beber	46
	Bencenos sustituidos en aguas	47
	Pesticidas clorados en aguas de desecho y para beber	48,49
	Suelos	50
	Zumos de frutas	51
	Zumos de naranja	52,53
	Aceites vegetales	54
	Ácidos grasos de cadena corta en azúcar de caña y de remolacha	55
	Vinos espumosos	56
	Volátiles de azufre en el aroma de la trufa blanca y negra	57
	Quesos	58
Mentol y mentona en alimentos y productos farmacéuticos	59	
SBSE	Hidrocarburos policíclicos aromáticos en muestras acuosas	60
	Aguas residuales o de desecho	61
	Mejillones y aguas de puerto	62
	Bebidas de limón	63
	Volátiles quirales en fresas	64
	Fungicidas tipo dicarboxamida en vino	65
	Conservantes en bebidas, vinagres, salsas acuosas y bebidas	66
	Compuestos monoterpénicos en aceites esenciales	67
Fluidos biológicos	68, 69	
SPDE	Pesticidas halogenados en aguas	36
SPME, SBSE y HSSE	Café	70
SPME y HSSE	Plantas aromáticas y medicinales	71
SPME y SBSE	Aguas	72
	Pesticidas y clorobencenos en fresas	73
	Pesticidas organoclorados y clorobencenos en frutas y vegetales	74
SPME y tubos rellenos	Volátiles emitidos por plantas vivas	75

El SBSE maneja cantidades de PDMS similares a las usadas en los tubos rellenos y en las OTT multicanal. Por lo tanto, se siguen manteniendo altos valores de sensibilidad, con límites de detección del orden de 0.1 ng/L (en muestras líquidas). La sencillez de la preparación de la muestra es otra característica fundamental y además es automatizable. El secado tras el muestreo de un líquido es sencillo y rápido, y esto hace que no se pierdan los compuestos más volátiles en la preparación de este tipo de muestras.

Estas excelentes propiedades hacen del Twister un dispositivo competitivo, sensible, rápido y sencillo para el análisis de VOCs. Sin embargo, su gran inconveniente radica en su elevado coste ya que se vende siempre junto con la instrumentación de desorción térmica de la casa que lo comercializa. Posiblemente sea esta la razón de su poca aceptación en nuestro país.

A modo de extensión de las aplicaciones del Twister, surge una nueva técnica desarrollada por Tienpont et al. (17), Headspace Sorptive Extraction (HSSE), que emplea fundamentos muy similares a los de la SPME. Estos autores recubren varillas de vidrio con una cantidad que oscila entre 30 y 100 mg de PDMS. Estas varillas recubiertas se colocan en el espacio de cabeza de un vial o erlenmeyer que contenga la muestra a fraccionar en agitación. De la misma manera, un muestreo con Twisters en espacio de cabeza continúa denominándose HSSE y da lugar a excelentes resultados. Esta técnica es unas 500 veces más sensible que la SPME en espacio de cabeza y es de sencilla aplicación.

APLICACIONES

El fraccionamiento es una etapa más de la preparación de muestra. Aunque se ha avanzado mucho en la automatización y simplificación de los procesos que constituyen la preparación de muestra, ésta sigue siendo una de las etapas más lentas y laboriosas del trabajo de un laboratorio analítico. Según un artículo publicado en la revista *LC•GC Europe* (37) con datos pertenecientes al año 2001, los campos de trabajo que más emplean la preparación de muestras son el farmacéutico y el medio ambiental, seguidos de lejos por el agroalimentario, químico orgánico, plásticos, biotecnológico y biomédico. Por otro lado, las matrices más sometidas a estos procesos de preparación de muestras, en este orden son, los compuestos farmacéuticos, las matrices orgánicas, los tejidos biológicos, aguas residuales, suelos, aires, disolventes....

En cuanto al análisis de los compuestos volátiles, destaca por el número de aplicaciones el campo medioambiental. Una recopilación de las relacionadas con el

empleo de la SPME, que se puede encontrar actualizada hasta mayo de 1999 en la dirección http://www.cm.utexas.edu/brodbelt/Brodsite/spme_refs.html, nos da una idea de los campos que más utilizan el fraccionamiento de VOCs por absorción. Las publicaciones que aparecen en esta dirección corresponden en un 39% a temas medioambientales, en un 20% a aplicaciones en alimentos y botánica, en un 19% a aplicaciones forenses o clínicas, en un 16% a desarrollos fundamentales y en un 6% a artículos de información general (38).

El campo medioambiental presenta problemas de diversa índole, para cuya solución se han utilizado todas las técnicas mencionadas en esta revisión. En cuanto a las muestras de alimentos, también representan un alto porcentaje de las aplicaciones de estas técnicas: análisis de bebidas, aceites o derivados lácteos han utilizado SPME, SBSE y HSSE. Diversas aplicaciones a fluidos biológicos se han llevado a cabo mediante SBSE y SPME, y para el análisis de volátiles en plantas se han empleado OTT, tubos rellenos, SPME, SBSE y HSSE. Todas estas aplicaciones se presentan en la tabla 2; en algunas de ellas, se comparan los resultados de varias técnicas de fraccionamiento.

La SPME es la técnica de fraccionamiento por absorción más extendida en campos muy diversos, como se ha mencionado previamente. Por el contrario, la novedosa SPDE posee escasas reseñas bibliográficas. Una de las aplicaciones a destacar es la determinación de pesticidas en aguas.

También se puede apreciar en la tabla 2, las numerosas publicaciones referentes a SBSE y HSSE, a pesar de ser técnicas caras y con poco tiempo de desarrollo. Su éxito radica en las importantes ventajas que ofrecen y que las hacen muy adecuadas para ciertas aplicaciones. Los tubos rellenos han tenido menor extensión que la SBSE y HSSE, posiblemente debido a la mayor dificultad operacional que entrañan.

Finalmente la OTT y OTT múltiples, son técnicas en desuso que sirvieron de nexo en el desarrollo de dispositivos basados en absorción y que hoy en día no presentan importancia práctica más que en aplicaciones muy concretas.

CONCLUSIONES

Hoy en día las técnicas de absorción más ventajosas son SPME, SBSE y HSSE, si bien estas dos últimas, aunque ofrecen unos excelentes resultados, están menos extendidas por su corto tiempo de vida y por su coste. La

sensibilidad, la ausencia de disolventes, la facilidad de manejo, la posibilidad de automatización y las ventajas que tienen frente a la adsorción, hacen que estas técnicas sean muy frecuentemente elegidas para la extracción de VOCs en muestras de todo tipo.

Otro aspecto interesante a mencionar es que no estamos asistiendo a la culminación del desarrollo de este tipo de técnicas, sino que muy probablemente seamos testigos en los próximos años de nuevos dispositivos basados en la absorción que mejoren o complementen los resultados y aplicaciones hasta ahora descubiertas.

BIBLIOGRAFÍA

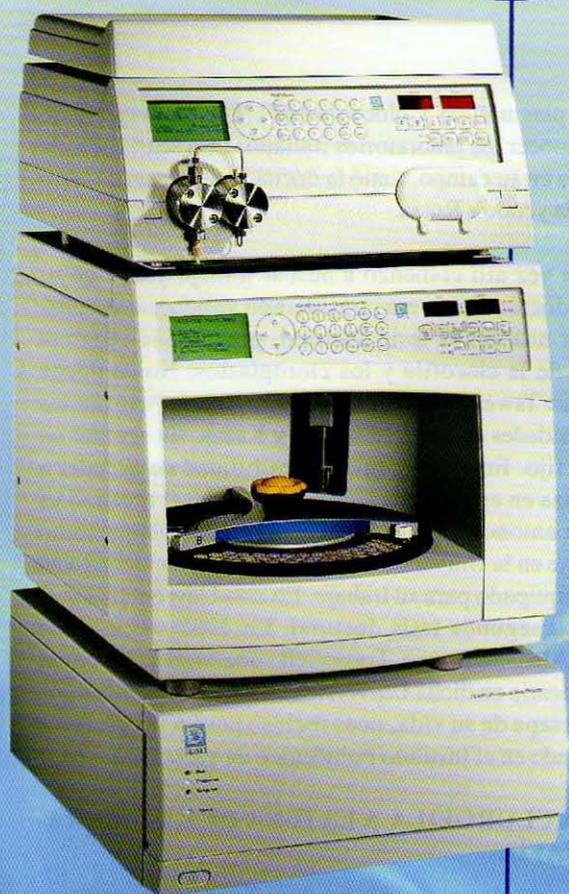
1. A. Jeannot, F.F. Cantwell, *Anal. Chem.* 69 (1997) 235.
2. M.A. Jeannot, F.F. Cantwell, *Anal. Chem.* 69 (1997) 2935.
3. Y. He, H.K. Lee, *Anal. Chem.* 69 (1997) 4634.
4. M.E.P. McNally, *J. AOAC Int.* 79 (1996) 380.
5. J.W. King, *Grasas aceites* 53(1) (2002) 8.
6. K. Kerrola, *Food Rev. Int.* 11 (1995) 547.
7. A. Chaintreau, *Flavour Frag. J.* 16 (2001) 136.
8. E. Valero, E. Miranda, J. Sanz, I. Martínez-Castro, *Chromatographia* 44 (1997) 59.
9. C. García-Jares, S. García-Martín, R. Cela-Torrijos, *J. Agric. Food Chem.* 43 (1995) 764.
10. D.W. Thompson, *J. AOAC Int.* 77(3) (1994) 647.
11. M.V. Dabrio, *Cromatografía y electroforesis en columna*, Springer (2000) Barcelona, pág. 30.
12. L.S. Ettre, *Nomenclatura para cromatografía (versión española)*, I.U.P.A.C. Y G.C.T.A. (R.S.E.Q.) Madrid (1995).
13. H. Lord, J. Pawliszyn, *J. Chromatogr. A* 885 (2000) 153.
14. H. Lord, J. Pawliszyn, *J. Chromatogr. A* 902 (2000) 17.
15. E. Baltussen, H.-G. Janssen, P. Sandra, C.A. Cramers, *J. High Resolut. Chromatogr.* 20 (1997) 385.
16. E. Baltussen, P. Sandra, F. David, C. Cramers, *J. Microcol. Sep.* 11(10) (1999) 737.
17. B. Tienpont, F. David, V. Bicchi, P. Sandra, *J. Microcol. Sep.* 12(11) (2000) 577.
18. P. Popp, C. Bauer, L. Wennrich, *Anal. Chim. Acta* 436 (2001) 1.
19. E. Baltussen, C.A. Cramers, P.J.F. Sandra, *Anal. Bioanal. Chem.* 373 (2002) 3.
20. K. Grob, A. Habich, *J. Chromatogr.* 321 (1985) 45.
21. C. Bicchi, A. D'Amato, F. David, P. Sandra, *Flavour Frag. J.* 2 (1987) 49.
22. C. Bicchi, A. D'Amato, F. David, P. Sandra, *Flavour Frag. J.* 3 (1988) 143.
23. V. Burger, Z. Munro, *J. Chromatogr.* 370 (1986) 449.
24. S. Blomberg, J. Roeraade, *J. Chromatogr.* 394 (1987) 443.
25. Z. Zhang, J. Pawliszyn, *J. High Resol. Chromatogr.* 19 (1996) 155.
26. J. Roeraade, A. Blomberg, *J. High Resolut. Chromatogr.* 12 (1989) 139.
27. B.V. Burger, M. LeRoux, W.J.G. Burger, *J. High Resolut. Chromatogr.* 13 (1990) 777.
28. S. Blomberg, J. Roeraade, *HRC&CC* 11 (1988) 457.
29. E.K. Ortner, E.R. Rohwer, *J. High Resolut. Chromatogr.* 19 (1996) 339.
30. E. Baltussen, H.-G. Janssen, P. Sandra, C.A. Cramers, *J. High Resolut. Chromatogr.* 20 (1997) 395.
31. E. Baltussen, F. David, P. Sandra, H.-G. Janssen, C.A. Cramers, *J. Chromatogr. A* 805 (1998) 237.
32. C.L. Arthur, J. Pawliszyn, *Anal. Chem.* 62 (1990) 2145.
33. C. Arthur, L. Killam, K. Buchholz, J. Berg, J. Pawliszyn, *Anal. Chem.* 64 (1992) 1960.
34. T. Górecki, J. Pawliszyn, *J. High Resolut. Chromatogr.* 18 (1995) 161.
35. T. Górecki, J. Pawliszyn, *Field Anal. Chem. Technol.* 1(5) (1997) 277.
36. J. Lipinski, *Fresenius J. Anal. Chem.* 369 (2001) 57.
37. R.E. Majors, *LC-GC*, 16(2) (2003) 71.
38. L. Pillonel, J.O. Bosset, R. Tabacchi, *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.* 35 (2002) 1.
39. C. Bicchi, A. D'Amato, F. David, P. Sandra, *High Resol. Chromatogr.* 12 (1989) 316.
40. S. Blomberg, J. Roeraade, *High Resol. Chromatogr.* 13 (1990) 509.
41. M.S. Krieger, R.A. Hites, *Environ. Sci. Technol.* 26 (1992) 1551.
42. E. Baltussen, F. David, P. Sandra, H.-G. Janssen, C.A. Cramers, *J. Microcol. Sep.* 11(6) (1999) 471.
43. E. Baltussen, F. David, P. Sandra, H.-G. Janssen, C.A. Cramers, *J. High Resolut. Chromatogr.* 21(12) (1998) 645.
44. B. Tienpont, F. David, P. Sandra, F. Vanwalleghem, *J. Microcol. Sep.* 12(4) (2000) 194.
45. E. Baltussen, A. den Boer, P. Sandra, H.-G. Janssen, C.A. Cramers, *Chromatographia* 49(9/10) (1999) 520.
46. T. Nilsson, F. Pelusio, L. Montanarella, B. Larven, S. Facchetti, J.O. Madsen, *J. High Resol. Chromatogr.* 18 (1995) 617.
47. D.W. Potter, J. Pawliszyn, *J. Chromatogr. A.* 625 (1992) 247.

48. R.E. Shirey, J. High Resol. Chromatogr. 18 (1995) 495.
49. R. Young, V. López-Ávila, W.F. Beckert, J. High Resol. Chromatogr. 19 (1996) 247.
50. K.J. James, M.A. Stack, J. High Resol. Chromatogr. 19 (1996) 515.
51. X. Yang, T. Peppard, J. Agric. Food Chem. 42 (1994) 1925.
52. A. Steffen, J. Pawliszyn, J. Agric. Food Chem. 44 (1996) 2187.
53. M. Jia, Q.H. Zhang, D.B. Min, J. Agric. Food Chem. 46 (1998) 2744.
54. H.H. Jelen, M. Obuchowska, R. Zarwirski-Wojtasiak, E. Wasowicz, J. Agric. Food Chem. 48 (2000) 2360.
55. R.B. Batista, C.C. Grimm, M.A. Godshall, J. Chromatogr. Sci. 40 (2002) 127.
56. S. Francioli, M. Guerra, E. López-Tamames, J.M. Guadayoi, J. Caixach, Am. J. Enol. Vitic. 50(4) (1999) 404.
57. F. Pelusio, T. Nilsson, L. Montanarella, R. Tilio, B. Larsen, S. Facchetti, J.O. Madsen, J. Agric. Food Chem. 43 (1995) 2138.
58. H.W. Clin, R.A. Bernhard, M. Rosenberg, J. Food Sci. 61(6) (1996) 1118.
59. M. Ligor, B. Buszewski, J. Chromatogr. A 847 (1999) 161.
60. B. Kolahgar, A. Hoffmann, A.C. Heiden, J. Chromatogr. A 963 (2002) 225.
61. G.J. Deussing, Labor Praxis 24(10) (200) 50.
62. J. Vercauteren, C. Pérès, C. Devos, P. Sandra, F. Vanhaecke, L. Moeus, Anal. Chem. 73 (2001) 1509.
63. A.G.J. Tredoux, H.H. Lauer, T. Heideman, P. Sandra, J. High Resol. Chromatogr. 23(11) (2000) 644.
64. M. Kreck, A. Scharrer, S. Bilke, A. Mosandl, European Food Res. Technol. 213(4-5) (2001) 389.
65. P. Sandra, B. Tienpont, J. Vercammen, A. Tredoux, T. Sandra, F. David, J. Chromatogr. A 928 (2001) 117.
66. N. Ochiai, K. Sasamoto, M. Takino, S. Yamashita, S. Daishima, A.C. Heiden, A. Hoffmann, Anal. Bioanal. Chem. 373 (2002) 56.
67. M. Kreck, A. Scharrer, S. Bilke, A. Mosandl, Flavour Fragr. J. 17 (2002) 32.
68. B. Tienpont, F. David, K. Desmet, P. Sandra, Anal. Bioanal. Chem. 373 (2002) 46.
69. T. Benijts, J. Vercammen, R. Dams, H.P. Tuan, W. Lambertt, P. Sandra, J. Chromatogr. B 755 (2001) 137.
70. C. Bicchi, C. Iori, P. Rubiolo, P. Sandra, J. Agric. Food Chem. 50 (2002) 449.
71. C. Bicchi, C. Cordero, C. Iori, P. Rubiolo, P. Sandra, J. High Resol. Chromatogr. 23(9) (2000) 539.
72. S. Nakamura, N. Nakamura, S. Ito, J. Sep. Sci. 24 (2001) 674.
73. L. Wenrich, P. Popp, G. Köller, J. Brenste, J. AOAC Int. 84(4) (2001) 1194.
74. L. Wenrich, P. Popp, J. Brenste, Chromatographia 53 (2001) 380.
75. J. Vercammen, P. Sandra, E. Baltussen, T. Sandra, F. David, J. High Resol. Chromatogr. 23(9) (2000) 547.



Compromiso de Calidad

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

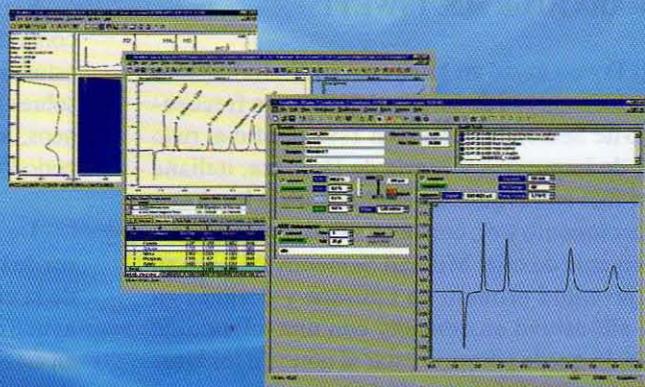


AHORA... NUEVO SUMMIT,
EL HPLC DE  **DIONEX**



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

En memoria de Tswett. 100 años de Cromatografía

Coral Barbas y F. Javier Rupérez

Sección de Química Analítica, Facultad de CC. Experimentales y de la Salud, Universidad S. Pablo-C.E.U., Madrid

En mayo de este año se ha celebrado en Moscú (no podía ser en otro lugar) el tercer Symposium on Bioseparation Sciences, un Congreso Internacional dedicado a la ciencia de las separaciones, en el que, además de conmemorar el centenario de la cromatografía, se ha destacado el perfil humano e investigador de Tswett, el creador de la cromatografía, y sus aportaciones científicas. Quizá ello pueda servir de excusa para darle un repaso a los orígenes de nuestra ciencia.

Siempre que hacemos una introducción histórica a la cromatografía, iniciamos con una frase parecida a: "el término cromatografía fue empleado por primera vez por Tswett cuando en 1903..." y, con el tiempo, ha acabado pareciendo que todo el mérito de nuestro protagonista era meramente lingüístico, porque las horas lectivas dan para pocos recordatorios históricos.

Queremos aquí dedicar un pequeño homenaje a Tswett, con un resumen de parte de la información recopilada por Eugenia Marchlewski Senchekova [1], profesora asociada del Instituto Vavilov de Historia de la Ciencia y Tecnología de la Academia de Ciencias en Moscú.

VIDA Y TRABAJO DE M.S. TSWETT

Mikhail Tswett nació en 1872 en Asti (Italia), donde sus padres, por motivos de salud, viajaban con frecuencia. Era hijo de Semen Nikolaevich Tswett, oficial ruso recaudador de impuestos y María de Dorozza, italiana que había vivido en Turquía. La madre murió a los pocos días de su nacimiento y él, con poca salud, fue llevado a Suiza con un ama de cría. Mikhail Semenovich pasó su infancia y juventud primero en Lausana y después en Ginebra, y allí estuvo en contacto con una importante colonia rusa, lo que le permitió estar al tanto de los hitos políticos y culturales de la patria de su progenitor.

En 1891 obtuvo su "Certificado de Madurez" y animado por su padre decidió acceder a la Universidad de Ginebra. En 1893 se graduó y considerando que se había formado en el centro más activo de la moderna fisiología vegetal, dedicó su trabajo a la bioquímica y citofisiología de las plantas, y en 1896 presentó su tesis doctoral titulada "Investigación en fisiología celular. Contribuciones al conocimiento de los movimientos de protoplasma, mem-

branas plasmáticas y cloroplastos". Tras un largo viaje para conocer los laboratorios italianos más relevantes de la época en su campo, tomó la decisión de dar un cambio a su vida yendo a Rusia.

Una vez allí comenzó a buscar trabajo y descubrió que su doctorado no era considerado válido y que debía realizar una nueva tesis doctoral, para la que eligió el campo de la clorofila y los cloroplastos. No se puede decir que Tswett fuera bienvenido en Rusia. Pasó por las Universidades de San Petesburgo y Kazan, sin obtener un puesto fijo. En 1901 surgió la posibilidad de acceder a una plaza en esta última Universidad, que él rechazó ya que por entonces había tenido la oferta de trabajar como ayudante en la Universidad de Varsovia, en un laboratorio mejor equipado para su trabajo. En esta Universidad presentó su segunda tesis doctoral. En 1907 se casó con Elena Aleksandrovna Trusevich, que trabajaba como bibliotecaria en dicha Universidad. Empezó entonces una buena etapa de su vida, pues incluso pasó a ser profesor contratado en el Instituto Politécnico de Varsovia.

DE LA CLOROFILA A LA IDEA DE LA CROMATOGRAFÍA

Siguiendo las etapas del método científico, antes de comenzar sus estudios sobre la clorofila, Tswett recopiló y estudió en profundidad la intensa investigación existente sobre el tema realizada por sus predecesores y contemporáneos, lo que se tradujo en una revisión de los principales periodos, métodos de estudio y descripciones de la clorofila.

De aquella revisión ya se entreveía que algunos autores de la época se planteaban las posibles modificaciones de la clorofila cuando era extraída de las plantas con la ayuda de reactivos químicos para purificar el compuesto en estado sólido.

Los esfuerzos de Tswett se encaminaron a eliminar las razones que podrían hacer cambiar la naturaleza del pigmento verde, por lo que utilizó hojas frescas y eliminó la calefacción. Esta búsqueda de un método más racional para la investigación de los pigmentos de las plantas llevó a Tswett a su principal logro científico: el desarrollo de la cromatografía, que abrió una nueva era en el estudio de estos pigmentos, y sobre todo, de la clorofila. Su trabajo entre 1898 y 1900, con 14 publicaciones en revistas britá-

nicas y rusas, se recopiló en un trabajo titulado "Composición físico-química de la partícula de clorofila. Investigación experimental y crítica", que constituyó su Tesis Magistral en 1901.

Durante sus experimentos para intentar extraer la clorofila de las hojas sin modificar, Tswett justificó la falta de resultados cuando se utilizaba éter de petróleo y los resultados positivos cuando se añadía una pequeñísima cantidad de etanol a la presencia de fuerzas de **adsorción** entre los pigmentos y la matriz de los cloroplastos y encaminó sus esfuerzos a nuevos métodos físicos que permitieran el estudio de la clorofila en su estado natural.

Esta idea de competir con las fuerzas de **adsorción** dio lugar a los experimentos sobre la identificación de materiales capaces de adsorber pigmentos existentes en las hojas verdes, desorbiendo de forma diferencial los componentes de la mezcla.

En 1901 llegó a la conclusión que los compuestos cristalinos obtenidos por investigadores del prestigio de Borodin o Monteverde eran sólo artefactos y en realidad consistían en la mezcla de clorofilas a y b derivatizadas con alcohol etílico. Esta afirmación fue considerada insolente y sus datos dudosos.

El 21 de marzo de 1903 fue un día memorable para la historia de la cromatografía. En la Sección de Biología de la Sociedad de Ciencias Naturales de Varsovia, Tswett presentó un trabajo titulado "Sobre la nueva categoría de fenómenos de **adsorción** y sus aplicaciones al análisis bioquímico". En ella, por primera vez, se establece una clara definición del proceso en el que se basa la nueva técnica analítica: "En la actualidad, bajo el término adsorción se combinan varios fenómenos, que, aunque posiblemente diferentes en naturaleza, corresponden a la siguiente definición básica: concentración de gases, vapores, líquidos o compuestos disueltos sobre la superficie de cuerpos sólidos"

En una posterior publicación en alemán en 1906, Tswett describió con detalle cómo obtenía los pigmentos de hojas frescas trituradas con éter de petróleo al que añadía pequeñas cantidades de alcohol, que posteriormente eran eliminadas por agitación con agua destilada. El extracto de pigmentos se separaba en sus componentes con ayuda del "cromatógrafo". En su primera versión fue tan simple como el que se encuentra en la figura 1 (todavía utilizado en cromatografía preparativa) y después evolucionó al sistema de la figura 2 para aumentar el número de experimentos. En sus trabajos hasta 1910 Tswett examinó hasta 128 adsorbentes en los que describió diferentes comportamientos.

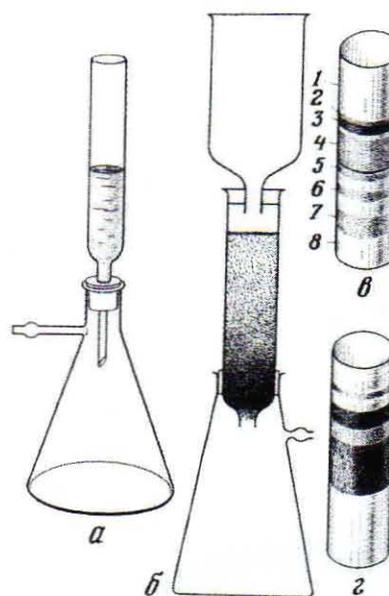
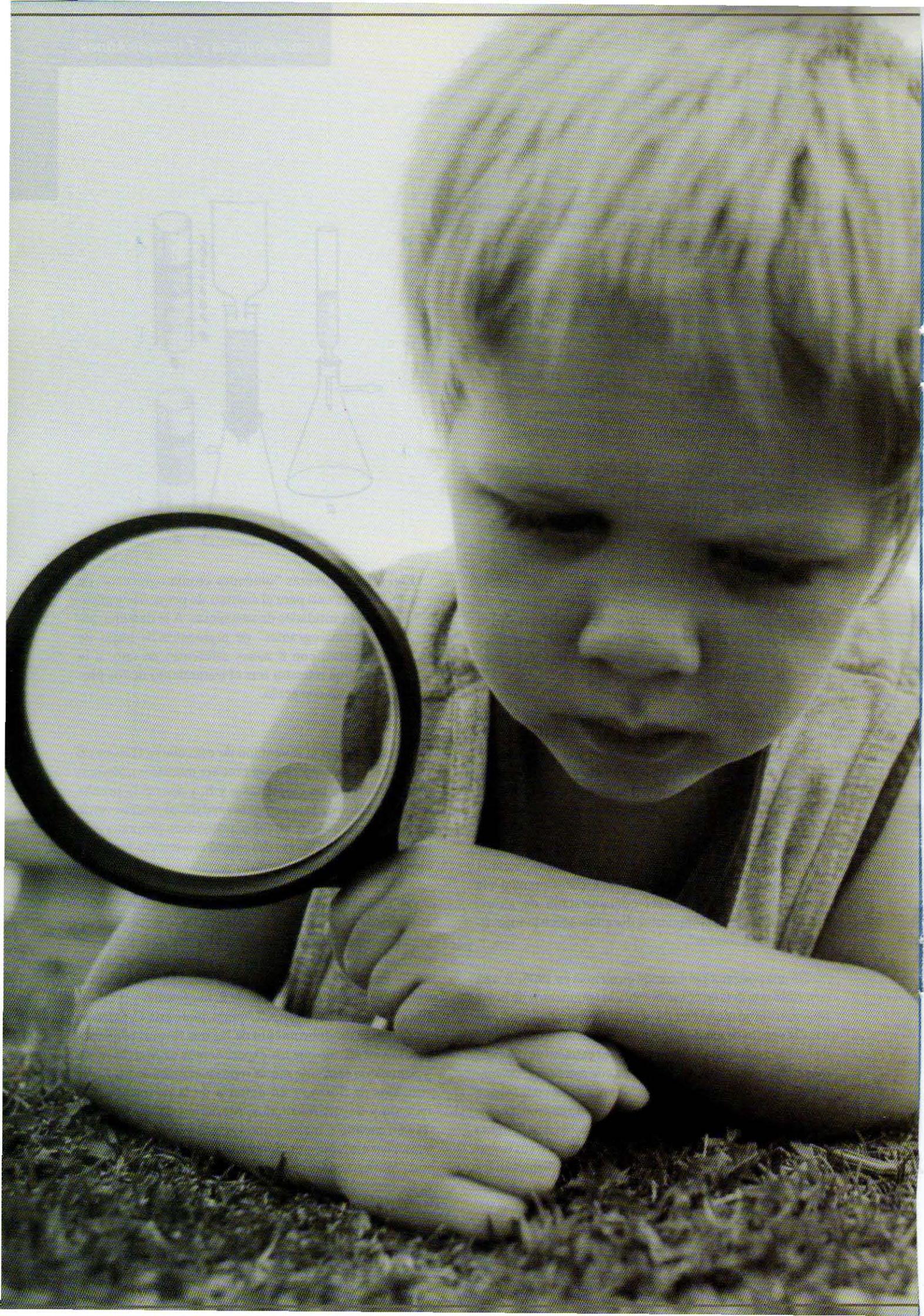


Fig. 1. Las primeras "unidades cromatográficas" de M. Tswett para el análisis de pequeñas y grandes cantidades de sustancias. A la derecha, los "cromatogramas" de pigmentos de hojas de plantas, con 8 zonas diferentes en uno, y la misma muestra tras el tratamiento de los pigmentos con ácido.

Tras anunciar la invención de esta nueva técnica en 1903, Tswett la empleó para obtener muestras químicamente puras de las clorofilas a y b, y aportó la prueba incuestionable de la heterogeneidad del pigmento verde de las plantas, aunque no fue el primero en proponer esta heterogeneidad. Además descubrió una tercera forma de clorofila en algas, la clorofila c.

A Tswett se le ha considerado posteriormente el descubridor de todas las formas de clorofila, aunque él siempre atribuyó al científico inglés Sorby este descubrimiento, realizado treinta años antes. De hecho, por este empeño, Tswett entró en polémica con L. Marchlewski, el principal investigador europeo de la hemoglobina y la clorofila al principio del siglo XX, quien, junto con C. Schunk, se arrogó el descubrimiento de las dos formas principales. Tswett afirmó que los experimentos de Marchlewski y Schunk no eran sino meras reproducciones de los experimentos de Sorby, y en defensa de la novedad de su método y de sus resultados, Marchlewski declaró que Tswett mentía e incluso que los artículos de Tswett no merecían ninguna atención y además que el método cromatográfico sería algo que no tendría ninguna utilidad en el futuro.



question everything

Naciste curioso.

Eras la última persona en preguntar a tus padres antes de ir a dormir. Y la primera en preguntar al profesor.

No te conformas con lo que hay.

Siempre preguntas, ¿qué podría ser?

Empujas la sociedad hacia delante.

En Thermo Electron estamos para ayudarte.

Como líderes en el suministro de la instrumentación más tecnológicamente avanzada para laboratorios y entornos de producción, nuestra misión es darte los medios.

Sea cual sea el reto al que hagas frente, encontrarás que tenemos todo lo necesario para analizar, detectar, medir y controlar.

Porque mucho antes de un gran avance, hay una pregunta

Visítanos en www.thermo.com

Analiza • Detecta • Mide • Controla

Thermo
ELECTRON CORPORATION

En los años siguientes se mantuvo una agria polémica entre los dos investigadores, centrada en la existencia de las distintas formas de las clorofilas, que pareció zanjada cuando Marchlewski aceptó que la metodología de Tswett era adecuada y que Sorby había descrito previamente resultados como los suyos.

Las discusiones más intensas de Tswett fueron con el químico orgánico R. Willstätter, que sería premio Nobel en 1915, principal discípulo del fundador de la moderna química orgánica alemana, A. Baeyer, premio Nobel de 1905.

Willstätter siguió una aproximación química para el estudio de la composición y naturaleza de los pigmentos vegetales, analizando y estudiando la estructura de varios derivados de esos pigmentos mediante la acción de determinados reactivos como ácidos, álcalis, etc.

La discusión se mantuvo durante muchos años, dado que Tswett mantenía que no se podía hacer ese análisis orgánico puesto que las sustancias no estaban suficientemente purificadas, porque las técnicas empleadas no permitían la total separación de los compuestos, mientras que Willstätter afirmaba que no se podía considerar purificación un proceso que no se basaba en la cristalización para dar lugar a un compuesto sólido.

A pesar de estas polémicas, Tswett logró en vida un cierto reconocimiento a su trabajo, pues le llegaron a conceder en 1912 el premio Akhmatov (consistente en 1000 rublos), y fue incluso propuesto para la obtención del Premio Nobel de 1918. El mentor destacó en su informe los trabajos realizados sobre la **adsorción**.

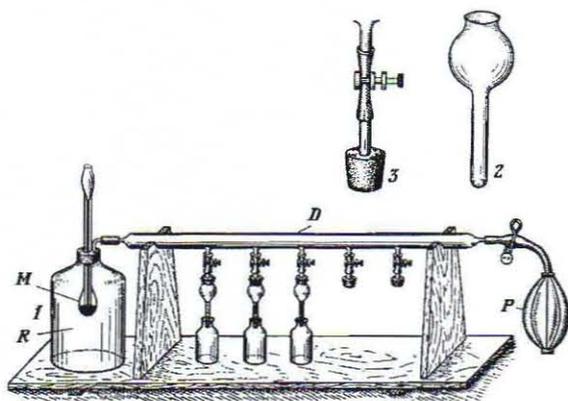


Fig. 2. "Unidad cromatográfica" para múltiples columnas con sistema de presión

A partir de 1910 su salud, que nunca había sido muy buena, empezó a deteriorarse y por si ello fuera poco Rusia, en plena Revolución, decidió tomar parte en la Primera Guerra Mundial. En una época convulsionada por profundos cambios, Tswett perdió todos sus archivos y fases adsorbentes, ya cuidadosamente recopiladas por entonces.

El 16 de junio de 1919 murió, a los 47 años, víctima de su debilitado corazón y de una vida siempre en condiciones de precariedad económica.

La actitud enormemente crítica hacia la investigación de Tswett sobre clorofilas y carotenoides por parte de sus colegas demuestra que sus innovaciones no encontraron gran apoyo. Las actitudes mayoritarias en aquellos años fueron predominantemente negativas y durante la primera década tras la muerte de Tswett el número de publicaciones en los que se usaba la cromatografía disminuyó radicalmente, principalmente porque los resultados obtenidos por el primer cromatografista del mundo fueron ignorados.

Uno de los motivos aducidos para esta falta de reconocimiento fue que la principal publicación de Tswett no fue accesible para los científicos de la Europa Occidental porque estaba escrito en ruso, y además porque era una rareza bibliográfica, una edición de su tesis doctoral. Aunque esto pueda ser cierto, no es menos cierto que Tswett publicó numerosos artículos en revistas de otros países, y realizó demostraciones de su técnica en las distintas sociedades científicas europeas, pues sus conocimientos de francés, ruso, inglés y alemán le permitieron estar en contacto con las sociedades internacionales de mayor prestigio. También se ha aducido para justificar esta falta de reconocimiento el que las publicaciones de Tswett fueran mayoritariamente dedicadas al campo de los pigmentos vegetales en revistas de botánica, pero también presentó sus resultados en revistas de química francesas y alemanas.

El olvido en el que se mantuvo el descubrimiento de Tswett es posible que se deba sobre todo a la falta de confianza que alguno de los principales científicos de su tiempo mantuvieron acerca de la cromatografía, fundamentalmente Willstätter. Mientras vivió, nadie excepto Tswett se atrevió a desafiar a Willstätter cuando afirmaba que él había sido el primero en obtener las clorofilas a y b químicamente puras, y tras la muerte de Tswett en 1919, la investigación sobre los pigmentos de las plantas fue prácticamente monopolizada por la escuela de Willstätter.

Como Ettre y Horváth escribieron mucho más tarde, "...en este periodo Willstätter era el Papa (*sic*) en este campo" (el de las clorofilas), por lo que Syngé llegó a afirmar en 1970 que "...el peso de la autoridad científica de Willstätter hizo que la sociedad científica ignorara las ideas de Tswett"

En los años treinta revivió el interés por la técnica, y fue "redescubierta" por Winterstein y Stein en Alemania para separar los distintos carotenoides de las plantas.

Existe una frase que Tswett escribió varias veces, cuya autoría ha sido atribuida a distintos personajes: "Cualquier avance en la ciencia es un avance del método" Resume muy bien lo que fue su vida y su principal descubrimiento: una técnica poderosísima para conocer más acerca de los pigmentos vegetales.

Varios años tras su muerte, a su lápida se añadió el siguiente epitafio: **"Destinado a descubrir la cromatografía, la ciencia que separa moléculas y una personas"**.

Bibliografía

- (1) Senchenkova, E.M. *Michael Tswett. The Creator of Chromatography*. Davankov, V.A. & Ettre, L.S., eds. Russian Academy of Sciences. Moscú, **2003**.

* * *



AIR LIQUIDE

AL AIR LIQUIDE ESPAÑA, S.A.

DOMICILIO SOCIAL:

PASEO DE LA CASTELLANA, 35 / 28046 MADRID

TELS.: 91 502 93 00 - 91 502 93 01

FAX: 91 435 69 52

<http://www.airliquide.es>

EL COMPROMISO CON LA CALIDAD

AIR LIQUIDE dispone de una línea de productos específicamente concebida para las necesidades en Instrumentación Analítica e Investigación.

GASES PUROS

- ▶ Pureza hasta N70 (99,99999%); con menos de 100 ppb de impurezas.
- ▶ Nuevas gamas para aplicaciones específicas:
 - ALPHAGAZ 1 y 2
 - Cromatografía gases / líquidos / MS / Supercrítica
 - Absorción atómica
 - Emisión
- ▶ Nuevas gamas ALPHAGAZ 1.000 (N2, Ar y He líquidos) en investigación y Control Analítico.
- ▶ Generadores de gases de alta pureza para N2, H2 y aire.
- ▶ Otros productos con amplia gama de purzas.

MEZCLAS

- ▶ Multicomponentes / niveles de concentración hasta ppb.
- ▶ Catalogadas por aplicaciones específicas: POL, OTO, etc.
- ▶ Bajo pedido: incluidos gases licuados, reactivos, pares combustible comburante, etc.
- ▶ Preparación: Sistemas gravimétrico, volumétrico y mixto.
- ▶ Certificaciones: ISO 9002, ISO 6141, ISO 6142, ISO 6143.



EQUIPOS PARA GASES

- ▶ Manorreductores (doble / simple expansión, latón, inox.,etc.)
- ▶ Reguladores de caudal: volumétricos, másicos.
- ▶ Válvulas de cierre, de regulación, etc. (inox. / latón).
- ▶ Instrumentación: mezcladores dinámicos.

MATERIALES PARA GASES LICUADOS

- ▶ Recipientes de N2, Ar y He líquidos.
- ▶ Canalizaciones bajo vacío.
- ▶ Instalaciones automáticas de llenado.



INSTALACIONES "LLAVE EN MANO"

- ▶ Proyectos a medida.
- ▶ Sistemas manuales y automáticos.
- ▶ Canalizaciones en acero inoxidable.
- ▶ Regulación de presión / caudal en el punto de utilización.
- ▶ Sistemas de señalización de alarmas.
- ▶ Detección de gases.
- ▶ Casetas de almacenamiento.

SERVICIOS

- ▶ Generación "in situ" de N2, H2 y Aire.
- ▶ Mantenimiento preventivo y correctivo de instalaciones.
- ▶ Televigilancia de stock y parámetros de utilización.
- ▶ Gestión optimizada de gases.
- ▶ Formación específica usuarios de gases.



Visite la página de internet de análisis y laboratorios
<http://www.lab.airliquide.com>

NOTICIAS DE LA SECyTA

PRÓXIMA REUNIÓN

El congreso tendrá lugar en Almería del 19 al 21 de Noviembre de 2003.

El objetivo de este congreso es proporcionar un foro de comunicación y transferencia de conocimiento entre todas aquellas personas interesadas en la cromatografía y técnicas afines y en su aplicación.

Esta es la tercera reunión de la SECyTA después de las dos reuniones previas que tuvieron lugar en Valencia y Barcelona. Durante este evento también tendrá lugar, como es habitual, la Reunión Anual de la Sociedad.

En esta ocasión, la SECyTA ha invitado a otros dos grupos asociados para que apoyen y se unan al congreso, en concreto: The Waste Water Cluster y The European-Mediterranean Association- Environmental Education Assessment and Protection.

El programa incluye conferencias plenarias, comunicaciones orales y sesiones de carteles, sobre cromatografía de gases, de líquidos, de fluidos supercríticos, electroforesis capilar, técnicas multidimensionales y acopladas, técnicas on-line y automatización.

Asimismo, se incluyen aspectos teóricos y de desarrollo instrumental, preparación de muestras, micro y nano tecnologías, quimiometría, validaciones, y aplicaciones diversas (proteómica, genómica, alimentos, medio ambiente, fármacos, productos naturales, polímeros, química combinatoria, bioanalítica, etc).

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 de la SECyTA.

Otros detalles, sobre todo los plazos, aparecerán en la página WEB de la Sociedad (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

Para más información sobre la 3ª Reunión contactar con:

Dr. Ana Agüera

Departamento de Hidrogeología y Química Analítica
 Facultad de Ciencias Experimentales
 Universidad de Almería
 04120 Almería (Spain)
 Telephone: (+34) 950 015531
 Fax: (+34) 950 015483
 E-mail: aaguera@ual.es
<http://www.ual.es/Congresos/secyta2003/inicio.htm>

Nota de la Redacción

Recientemente se ha incorporado a la Redacción del Boletín Lourdes Ramos Rivero, socia de la SECyTA, perteneciente al Instituto de Química Orgánica General (CSIC) de Madrid, donde trabaja en el Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental. Estudió en la Universidad Autónoma de Madrid y después de doctorarse trabajó con el profesor Brinkman en la Free University de Amsterdam.

A partir de este número se une a Alejandro Cifuentes y Elena Ibáñez para seguir impulsando la revista y conseguir que sea un órgano de comunicación tan ágil y actual como corresponde al siglo XXI. Además, va a actuar de enlace con la página Web.

Como otras muchas veces, animo a todos a participar en la revista y en la SECyTA enviando cartas, preguntas, artículos, notas, reseñas, chistes o anécdotas; la mucha participación es lo que consigue que una revista sea para todos más viva e interesante.

Isabel Martínez Castro

PREMIOS



El día 17 de marzo del presente año se celebró en Madrid la **XVI entrega de los Premios de la Fundación CEOE**, que se conceden en los ámbitos de las artes y las ciencias. Estos premios se otorgan a distinguidos artistas y científicos que, con su esfuerzo y creatividad, contribuyen al progreso cultural del conjunto de la sociedad.

En esta edición, el premio Leche Pascual de Investigación en Ciencias de la Alimentación fue concedido a **Mercedes Ramos González**, Profesora de Investigación del Instituto de Fermentaciones Industriales del CSIC y miembro de la SECyTA desde principios de los años 80. La labor de la Dra. Ramos mereció esta importante distinción por sus valiosas

investigaciones científicas en el campo de los productos lácteos, base de la alimentación humana y de gran importancia para la sociedad. En concreto se resaltaron sus aportaciones para la mejora de la calidad y de las propiedades funcionales y bioactivas de la leche y sus derivados, así como en el desarrollo de normativas para el control de procesos de productos lácteos. La Dra. Ramos ha sido también una de las pioneras en el empleo de técnicas analíticas avanzadas para el análisis de alimentos en España.

Pero además, todos los que conocemos a Mercedes tenemos que agradecerle no sólo su faceta de científica rigurosa e incansable, por la que ha sido premiada, sino también su gran humanidad y generosidad. Enhorabuena por el premio y gracias por compartir tu buen hacer y tu excepcional talante de forma tan generosa.

Elena Molina y Elena Ibáñez

NUEVOS SOCIOS

Gonzalo Dallarés, Albert
INCAVI-Estació d'Enologia i Viticult.
Amalia Soles, 29
08720 VILAFRANCA DEL PENEDES (Barc.)

Herrero Calleja, Miguel
Dpto. Caracterización Alimentos
Inst. Fermentaciones Ind. (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006MADRID

Coll Furest, Mónica
Balmes, 158
08008 BARCELONA

Muniategui Lorenzo, Soledad
Dpto. Química Analítica
Fac. Ciencias, Univ. La Coruña
Campus de Zapateira
15071 LA CORUÑA

Lizarraga Pérez, Elena
Univ. de Navarra. CIFA
Irunlarrea, 1
31008 PAMPLONA (Navarra)

Ramos Rodriguez, Juan José
Inst. Química Orgánica (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

Lacunza Aguirrebengoa, Izaskun
Inst. Química Orgánica (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

Lara Quintanar, M^a Pilar
Inst. Química Orgánica (CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID



CALENDARIO DE ACTIVIDADES

CSI XXXIII: 33rd Colloquium Spectroscopicum Internationale.

El congreso tendrá lugar en Granada, España, del 7 al 12 de septiembre de 2003

Para más información contactar con:

Professor Alfredo Sanz-Medel o Dr José M. Costa,
Department of Physical and Analytical Chemistry,
University of Oviedo, E-33006 Oviedo, Spain.
Tel. (+34-985) 103-474
Fax: (+34-985) 103-125
E-mail: asm@sauton.quimica.uniovi.es;
URL: <http://www.csiXXXIII.org>

20th Montreaux Symposium on Liquid Chromatography/ Mass Spectrometry.

El congreso tendrá lugar en Savannah, GA, USA del 15 al 17 de Octubre de 2003.

Para más información contactar con:

e-mail: Robert.voyksner@lcmslimited.com;
URL: <http://www.lcmslimited.com/montreaux.htm>

ISPPP-2003-23rd International Symposium on the Separation of Proteins, Peptides & Polynucleotides

El congreso tendrá lugar en Delray Beach, Florida, USA del 9 al 12 de noviembre de 2003.

Para más información contactar con:

Janet Cunningham, Barr Enterprises, PO Box 279,
Walkersville, MD 21793, USA.
Phone: +1 301 668 6001
Fax: +1 301 668 4312
E-mail: janetbarr@aol.com
URL: <http://www.prepsymposium.org>

1st International Symposium on Recent Advances in Food Analysis.

El congreso tendrá lugar en Praga, República Checa del 5 al 7 de Noviembre de 2003.

Para más información contactar con:

IAEAC, Mrs Marianne Frei-Hausler, Postfach 46,
CH-4123 Allschwil 2, Switzerland.
Tel. (41-61) 481-2789. Fax: (41-61) 482-0805
e-mail: iaeac@dplanet.ch
URL: www.iaeac.ch

HTC-8: 8th International Symposium on Hyphe-nated Techniques in Chromatography and Hyphenated Chromatographic Analyzers.

El congreso tendrá lugar en Brujas, Bélgica del 4 al 6 de Febrero de 2004.

Para más información contactar con:

Congress Secretariat, Orido bvba, Lucas Henninckstraat
18, B-2610 Wilrijk, Belgium.
Tel. (32-58) 523-116 or (32-3) 616-8961
Fax: (32-58) 514-575 or (32-3) 828-8961
E-mail: htc@ordibo.be
URL: <http://www.ordibo.be/htc>

HPCE 2004: 17th International Symposium on Microscale Separations and Analysis.

El congreso tendrá lugar en Salzburgo, Austria del 8 al 12 de Febrero de 2004.

Para más información contactar con:

Congress Secretariat, Mrs Ina Kaehler, PCO Tyrol
Congress, Rennweg 3, A-6010 Innsbruck, Austria.
Tel.: (43-512) 575-600
Fax: (43-512) 575-507
E-mail: c.kaehler@congress-innsbruck.at
O con:
Professor Wolfgang Lindner,
E-mail: Wolfgang.Lindner@univie.ac.at
URL: <http://www.hpce2004.at>

Chirality-2004: 16th International Symposium on Chirality.

El congreso tendrá lugar en New York, NY, USA del 11 al 14 de julio de 2004.

Para más información contactar con:

Janet Cunningham, Barr Enterprises, PO Box 279,
Walkersville, MD 21793, USA.
Tel.: (1-301) 668-6001
Fax: (1-301) 668-4312
E-mail: Janetbarr@aol.com
URL: <http://www.nyu.edu/chirality>



CONGRESOS CELEBRADOS

19th (Montreux) Symposium on Liquid Chromatography/Mass Spectrometry

Montreux, Suiza, 6-8 noviembre de 2002

La decimonovena edición del (Montreux) Symposium on Liquid Chromatography/Mass Spectrometry, organizado por the International Association of Environmental Analytical Chemistry, se celebró en el Montreux Convention Center de Montreux (Suiza) del 6 al 8 de noviembre de 2002. El comité organizador estuvo presidido por el profesor Jan van der Greef de la Leiden University (Holanda). Participaron también en la coordinación del congreso J.D. Henion de la Cornell University (USA), D.E. Games de la University of Wales (UK) y R.D. Voysner del Research Triangle Institute (USA).

Previo al symposium, se realizó un curso de dos días de duración sobre LC/MS, SFC/MS y CE/MS (4-5 noviembre) y un curso de un día de duración sobre interpretación de espectros de masas CID generados por LC/MS (5 noviembre).

En cuanto al programa científico, éste se caracterizó por 29 comunicaciones orales y conferencias y 167 comunicaciones en formato de póster realizadas por científicos y empresas asistentes. La inauguración del congreso tuvo lugar la mañana del miércoles 6 de noviembre por el profesor Jan van der Greef seguida de la conferencia "Roland Frei" a cargo de David Clemmer titulada "Multidimensional Separations: Development of LC-Ion Mobility-MS/MS Strategies for Analysis of Complex Protein and Peptide Mixtures". El resto de comunicaciones abarcaron múltiples campos temáticos: desde la caracterización de compuestos hasta el tratamiento de datos, pasando por la genómica o el análisis de alimentos y medio ambiente. También se comentó la necesidad de un tratamiento adecuado de muestra para evitar la supresión de la ionización durante el análisis de muestras complejas como por ejemplo las biológicas. La cromatografía fue la técnica de separación más utilizada, aunque también hubo algunas presentaciones basadas en el uso de electroforesis capilar o de electrocromatografía.

Referente a instrumentación, destacar las comunicaciones sobre fotoionización, nuevas sondas de nano-

electrospray fabricadas con materiales poliméricos, preparación de columnas capilares monolíticas y uso de microchips para automatizar la infusión de la muestra. Otras novedades interesantes fueron el Sciex QTrap, que incluye una trampa iónica lineal, o el TSQ Quantum de Thermo Finnigan, que proporciona mayor resolución que los cuadrupolos convencionales por el diseño hiperbólico de los cuadrupolos.

Hay que destacar que esta Edición del congreso ha sido sin duda la más multitudinaria de su historia. Han asistido un total de 750 participantes de muy diversa nacionalidad y ocupación, además de 30 casas comerciales que exhibieron sus productos y novedades. Sin embargo, la participación española fue escasa, ya que sólo ocho de los asistentes eran españoles y sólo se presentaron cuatro comunicaciones en forma de póster.

Finalmente, el congreso fue clausurado por Jan van der Greef a mediodía del viernes día 8, después de la invitación por parte de Robert Voysner a la asistencia al próximo congreso Montreux 2003 que tendrá lugar en Marriott Riverfront, Savannah, Georgia.

Mónica Barco

*Laboratorio de Espectrometría de Masas,
IIQAB-CSIC)*

Francisca Toribio

*Departamento de Química Analítica
de la Universidad de Barcelona*

16th International Symposium on Microscale Separations and Analysis, HPCE 2003.

La decimosexta edición del International Symposium on Microscale Separations and Analysis (HPCE 2003) se celebró en el hotel Manchester Grand Hyatt de San Diego (CA, USA) del 17 al 22 de enero de 2003. El comité organizador estuvo presidido por los doctores Andrés Guttman (Torrey Mesa Research Institute) y Aran Paulus (Amersham Biosciences). El comité científico estuvo formado por investigadores de reconocido prestigio internacional.

En términos de participación, el Congreso registró un total de 426 inscripciones: 25% fueron de estudiantes, 32% de investigadores pertenecientes a institucio-

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

Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo

C/Dulcet, 2-10 - 08034 Barcelona

Cuota anual: 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, ruega 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



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 ESPAÑA, S.L.
Avda. Encuartes, 19
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- THERMO ELECTRON CORPORATION
Sepúlveda, 7 - A
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)
- INGENIERÍA ANALITICA, S.L.
Ctra. Cerdanyola, 65-67
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(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)

nes académicas y gubernamentales y 43% de personas procedentes de la industria. En la exposición comercial participaron un total de 25 empresas.

Si bien durante el día 17 y la mañana del 18 de enero, se impartieron 2 cursos cortos: "Practical capillary electrophoresis" e "Introduction to CE/MS", así como 4 talleres dirigidos por personas de la industria: "Genomics", "Proteomics", "CE in pharmaceuticals" y "Micro-fabricated fluidic devices", el comienzo oficial tuvo lugar la tarde del 18 de enero con una introducción a cargo de los Doctores András Guttman y Aran Paulus. Seguidamente se presentaron 3 conferencias plenarias a cargo de los Doctores John R. Yates, Per Andren y Richard A. Mathies.

El programa científico del congreso contó con 119 comunicaciones orales, 227 comunicaciones en formato de póster, 6 conferencias plenarias y dos seminarios ofrecidos por empresas participantes. Las comunicaciones se agruparon según su temática en distintas categorías, abarcando desde conceptos fundamentales hasta nuevos diseños y nuevas aplicaciones de las técnicas de separación. Los temas incluyeron genómica y proteómica, electrocromatografía capilar (CEC), microfabricación (microchips), desarrollo de nuevos detectores, análisis de carbohidratos, proteínas, péptidos y pequeñas moléculas, aplicaciones biomédicas y nuevas aplicaciones en electroforesis capilar. El Congreso contó también con una mesa redonda, la tarde del 21 de enero, sobre el tema "CE in pharmaceutical analysis", que comenzó con una breve intervención de representantes de varias empresas y que dio lugar a una breve discusión entre los participantes, en la que se abordaron fundamentalmente problemas prácticos.

Cabe destacar como línea en la que se presentaron mayor número de trabajos, el desarrollo de microchips

como alternativa a la electroforesis en capilares debido a las ventajas que presentan este tipo de estructuras, como son, la gran rapidez de las separaciones, la posibilidad de integrar distintas etapas de análisis y reacción, los pequeños volúmenes de muestra que se utilizan y la posibilidad de realizar análisis múltiples. Así mismo, muchos trabajos versaron sobre "high-throughput" (gran número de separaciones en cortos periodos de tiempo) en electroforesis capilar. Es también reseñable que en una gran parte de los trabajos presentados se emplea la espectrometría de masas (en distintas variantes) como sistema de detección.

Durante el transcurso del Congreso se ofrecieron distintas recepciones y desayunos patrocinados por las casas comerciales Polymicro Technologies, LLC; Amersham Biosciences; ACLARA Biosciences y Micralyne, Inc, que potenciaron la interacción entre los participantes.

La participación española fue de tan sólo 3 inscripciones, probablemente debido a la distancia, presentándose dos comunicaciones orales y un póster.

El Congreso finalizó el 22 de enero con tres conferencias plenarias a cargo de los Doctores Steven Briggs, Ruedi H. Aebersold y Charles R. Cantor. El profesor Csaba Horváth (cumplió 73 años durante la realización del congreso) se encargó de hacer el balance del Congreso. En este acto de clausura también tuvo lugar la presentación de los próximos congresos. El Doctor Wolfgang Lidner presentó el HPCE 2004 que tendrá lugar en Salzburgo (Austria) del 8 al 12 de febrero de 2004 y el Doctor Yoshinobu Baba presentó el HPCE 2005 que se realiza en Asia y que tendrá lugar en Kobe (Japón) del 31 de julio al 4 de agosto de 2005.

M^ª Teresa Veledo Pérez.
*Instituto de Química Orgánica General (CSIC),
Madrid.*



ARTÍCULOS DE INTERÉS

Review: "Comprehensive two-dimensional gas chromatography: a powerful and versatile analytical tool"

J. Dallüge, J. Beens, U.A.Th. Brinkman
Journal of Chromatography A (2003). Disponible en www.sciencedirect.com

Último artículo de revisión publicado sobre cromatografía completa en dos dimensiones (GC×GC), que recoge una perspectiva general y completa de los conceptos básicos de esta técnica cromatográfica así como una amplia recopilación de citas bibliográficas que muestran el trabajo desarrollado en este campo en los últimos años.

Tras una breve introducción sobre la técnica y sus ventajas respecto a la cromatografía convencional y la cromatografía de gases multidimensional (MDGC), los autores pasan a describir una serie de conceptos importantes en GC×GC. Entre ellos destacan la ortogonalidad, entendida como la combinación de diferentes columnas que proporcionan mecanismos de separación diferentes para la obtención de cromatogramas ordenados que permitan la identificación de compuestos estructuralmente relacionados en muestras complejas. Los autores detallan también los tipos de moduladores desarrollados hasta el momento (Sweeper, Longitudinally Modulating Cryogenic System o LMCS, moduladores criogénicos con doble o simple propulsor de aire caliente/CO² y las válvulas de conmutación) y sus características más importantes. La rápida separación que tiene lugar en la segunda columna proporciona picos estrechos (100-600 ms a línea base), hecho que condiciona las características de los sistemas de detección. Así, se evalúan las posibilidades de detectores como el FID, ECD y MS, y los requisitos para una adecuada adquisición. Especial énfasis se hace en el caso del acoplamiento con los detectores de tiempo de vuelo (ToF-MS), los únicos en el caso de la espectrometría de masas con una velocidad de adquisición de datos adecuada, mostrándose las enormes posibilidades de su uso con ejemplos de diversas aplicaciones, así como los problemas derivados de la cantidad de información obtenida y posterior procesamiento de la misma. Otros temas tratados por los autores se centran en el aspecto cuantitativo: el cálculo de los límites de detección y las diferentes aproximaciones en la integración de los cromatogramas obtenidos. Finalmente se detallan ejemplos de diferentes aplicaciones descritas en la literatura para el análisis de muestras complejas en el área de la petroquímica, análisis de pesticidas en alimentos, esteroides en microalgas, PCBs, PAHs y compuestos del flavor y aroma entre otros.

"Quantitative determination of BTEX and total aromatic compounds in gasoline by comprehensive two-dimensional gas chromatography (GC×GC)"

G.S. Frysinger, R.B. Gaines, E.B. Ledford
Journal of High Resolution Chromatography, 22 (1999), 195-200.

Uno de los principales campos de aplicación de la técnica de GC×GC es la petroquímica, ya que la complejidad de las muestras requiere sistemas de análisis capaces de resolver los cientos de compuestos que integran este tipo de muestras. El este trabajo, los autores obtienen la separación de los compuestos aromáticos del resto mediante una separación basada en la diferente volatilidad en la primera dimensión y una separación basada en la polaridad en la segunda dimensión. Los compuestos aromáticos quedaron así agrupados en el cromatograma según su relación estructural, facilitando su integración y su identificación. Los resultados obtenidos en la cuantificación de los grupos de aromáticos mayoritarios fueron comparables, según los autores, a los métodos convencionales aceptados para este tipo de determinaciones.

"Application of comprehensive two-dimensional gas chromatography (GC×GC) to the qualitative analysis of essential oils"

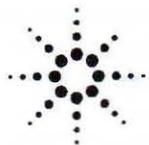
J-M.D. Dimandja, S.B. Stanfill, J. Grainger, D.G. Patterson Jr.
Journal of High Resolution Chromatography 23 (2000), 208-214.

En este trabajo los autores comparan los resultados obtenidos al analizar aceites esenciales mediante GC-MS y GC×GC-FID. El modulador utilizado en este estudio fue el Sweeper. En este caso el mayor reto no se refiere tanto a la cantidad de compuestos presentes en la muestra (normalmente menor que en el caso de las muestras de origen petroquímico), si no en la distinta naturaleza de los componentes y su amplio rango de volatilidad. El análisis mediante GC-MS del aceite esencial de menta posibilitó la identificación de 30 compuestos, mientras que mediante GC×GC fue de 89. Resultados similares se obtuvieron en el caso del análisis del aceite esencial de menta verde. A su vez, los cromatogramas obtenidos mediante GC×GC fueron utilizados como "huellas" de cada aceite esencial para su caracterización. Comparando los obtenidos para los dos aceites esenciales estudiados los autores encontraron un total de 52 compuestos similares en comparación de los 18 obtenidos mediante GC convencional.

Luisa R. Bordajandi



NOVEDADES TÉCNICAS



Agilent Technologies

Innovating the HP Way

AGILENT TECHNOLOGIES ANUNCIA UN MÉTODO PARA LA RÁPIDA IDENTIFICACIÓN DE ANTIOXIDANTES EN PLÁSTICOS.

Agilent Technologies Europa ha anunciado un método para la rápida identificación de aditivos poliméricos antioxidantes en plásticos. El método permite una rápida evaluación de los aditivos y de su degradación en formulaciones para mejorar el rendimiento del producto.

Los productos plásticos, una pieza esencial y omnipresente en la sociedad moderna, son el centro de una continua e intensa investigación de nuevas mezclas y polímeros. De igual interés para los investigadores son los aditivos poliméricos, que determinan el color del material, la densidad, la opacidad, la rigidez, la flexibilidad y la resistencia a la llama, el calor, la luz y el aire. Tales aditivos mejoran también las propiedades de procesamiento de los plásticos durante el aglomerado y la fabricación del producto final.

El método emplea el cromatógrafo líquido (LC) Agilent Serie 1100 con espectroscopía UV-VIS y espectroscopía de masas con ionización química a presión atmosférica (APCI-MS) para calcular la concentración e identificar los aditivos antioxidantes poliméricos -así como sus productos de degradación- en 15 minutos o menos. Los sistemas LC, que pueden analizar materiales con diferente peso molecular y solubilidad, se adaptan bien a los elevados pesos moleculares y bajos contenidos en volátiles de muchos antioxidantes. Además, los datos MS del sistema tienen la resolución espectral necesaria para deducir detalles estructurales, permitiendo una identificación química precisa.

LA TÉCNICA DE GC CON DOBLE CANAL DE AGILENT TECHNOLOGIES REDUCE LA INTERFERENCIA DE HIDROCARBUROS EN EL ANÁLISIS DE AZUFRE

Agilent Technologies Europa anunció un método para analizar bajos contenidos de azufre mediante el empleo de un cromatógrafo de gases de doble canal con detectores fotométricos de llama especialmente modificados. Esta técnica reduce en gran medida el problema de las interferencias de hidrocarburos, permitiendo la detección eficaz de azufre en partes por billón (ppb) en las indus-

trias petrolera, petroquímica, de celdas de combustible y de productos químicos especiales. La demanda de la detección de ppb de azufre ha ido aumentando a medida que los requisitos de calidad y normativos se hacen más estrictos en todo el mundo.

Los compuestos de azufre pueden envenenar los procesos catalíticos durante la conversión de hidrocarburos. La monitorización de estos bajos niveles de veneno puede mejorar el rendimiento, aumentar la vida del catalizador, y mejorar la calidad del producto. Para sistemas de pilas de combustible y procesadores de combustible alimentados con gas natural u otros combustibles fósiles, una buena monitorización de los contaminantes es crítica para evitar problemas. En ciertas regiones, los reglamentos medioambientales pueden hacer también necesaria una detección precisa y fiable de impurezas en el combustible.

Las interferencias de hidrocarburos han sido un desafío para muchos detectores selectivos de azufre en GC. Este desafío se agudiza cuando una interferencia de hidrocarburo afecta a la mayoría de la muestra. En la mayor parte de los casos, la precisa determinación de compuestos de azufre es difícil o imposible, incluso con detectores de azufre altamente selectivos. Empleando un sistema de doble canal con dos columnas de separación muy diferentes se evita en gran medida el problema de la interferencia. Los compuestos de azufre que tienen graves interferencias en una columna, pueden separarse con la otra. Asegurando que un compuesto de azufre dado podrá ser separado con al menos una de las dos columnas, el sistema puede usar un detector fotométrico de llama (FPD) fiable, estable y relativamente barato. Esta mejora en el rendimiento del FPD permite cuantificar azufre por debajo de 20 ppb.

AGILENT TECHNOLOGIES OFRECE VÍDEOS SOBRE EL MANTENIMIENTO DE EQUIPOS LC Y LC/MS AGILENT SERIE 1100 EN SU PÁGINA WEB

Agilent Technologies Europa ha anunciado la disponibilidad de un completo conjunto de vídeos sobre el mantenimiento de módulos y sistemas LC y LC/MS Agilent Serie 1100. Estos vídeos, accesibles en la página web de Agilent, ayudan a realizar fácilmente procedimientos de mantenimiento para su sistema HPLC Agilent.

Los vídeos proporcionan detallada información de cada paso del mantenimiento, incluyendo datos sobre herramientas y piezas necesarias. Para más comodidad,



los vídeos incluyen subtítulos para todos los archivos audio y pueden ser vistos sin tarjeta de sonido. Cada fragmento está disponible para ser descargado de forma individual. Se cubren los siguientes módulos de la Serie 1100:

- Bombas isocráticas, binarias y cuaternarias
- Inyector automático estándar, micro y preparativo
- Inyector automático de placas de pocillos y placas de micro pocillos
- Detectores UV
- Detector de fluorescencia
- LC/MSD

Además, se encuentra disponible el CD-ROM (referencia 01100-60007) de reparación y mantenimiento Agilent Serie 1100. Incluye los manuales de referencia completos, guías de optimización, búsqueda de texto completo y rutinas de impresión, así como los vídeos arriba mencionados.

AGILENT TECHNOLOGIES PUBLICA UN NUEVO MÉTODO PARA UNA MEJOR CARACTERIZACIÓN DE PROTEÍNAS

La compañía ofrece un 15 por ciento de descuento en la adquisición de productos combinados.

Agilent Technologies Europe ha anunciado recientemente un método para una mejor caracterización de proteínas surgido de sinergias entre sus productos de "laboratorio en un chip" y cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC). Para promocionar el valor de la combinación de esos productos en el análisis de proteínas, Agilent ofrece un 15 por ciento de descuento a los clientes que adquieran un bioanalizador Agilent 2100 combinado con uno de sus kits LabChip(r) de proteínas y un sistema LC Agilent Serie 1100 (que incluye bomba, inyector automático y detector) entre el 1 de abril y el 30 de septiembre de 2003.

En el método recién publicado, se utiliza HPLC en fase reversa (RP) para separar las proteínas en función de su hidrofobicidad, correspondiendo al bioanalizador 2100 junto con el LabChip Protein 200 Plus el eficaz análisis de la muestra basándose en el tamaño de las proteínas. La utilización conjunta de estos métodos ortogonales permite distinguir contaminantes que de otro modo no hubieran podido identificarse, mejorando la calidad y la fiabilidad de la purificación e identificación de proteínas.

Tanto el bioanalizador Agilent 2100 como el HPLC Agilent Serie 1100 son punteros instrumentos de uso habitual en el análisis, la purificación y la caracterización

de proteínas. Desde su presentación hace tres años, el bioanalizador Agilent 2100 y los kits LabChip, desarrollados conjuntamente con Caliper Technologies, se han establecido como líderes en el mercado de sistemas basados en tecnología microfluídica para el análisis de ARN, ADN, proteínas y fluorescencia celular. En esta aplicación, el bioanalizador 2100 no sólo determina las masas proteicas con mayor rapidez y sencillez que la metodología SDS-PAGE convencional, sino que sirve también como método analítico complementario al RP-HPLC.

El Agilent Serie 1100 es un puntero sistema HPLC que cubre un rango de flujos desde nanolitros a 100 ml/min. El sistema es una herramienta extremadamente precisa y fiable para la separación de péptidos y proteínas mediante cromatografía RP, de intercambio iónico o de exclusión por tamaños.

Agilent Technologies Inc. (NYSE: A) es líder mundial en tecnologías de comunicaciones, electrónica y cuidado de la salud. Sus 35.000 empleados atienden a los clientes en más de 110 países. Durante el ejercicio fiscal de 2002, la facturación neta de Agilent ascendió a 6.000 millones de dólares.

Para más información acerca de Agilent Technologies, visite la web en la dirección www.agilent.com.



OFERTA GLOBAL ALPHAGAZ PARA ANALISIS Y LABORATORIOS

Alphagaz una gama internacional de gases, materiales y servicios, especialmente diseñada para sus equipos de análisis:

ALPHAGAZ :

Garantiza sus especificaciones de gases puros para 5 años.

CERTIFICACIÓN ISO 9002

El Grupo Air Liquide dispone actualmente de las Acreditaciones Cofrac (Francia) y SAS (Suiza) para mez-

clas que cubren todas las aplicaciones analíticas. Estas mezclas están reconocidas por ENAC mediante el Acuerdo Multilateral de Reconocimiento Mutuo firmado por los Organismos de Acreditación Europeos. Organismo con el cual Air Liquide España tiene solicitado su acreditación del Laboratorio de Villaverde (Madrid), como "Laboratorio de Calibración de Mezclas de Gases Puros", con lo que a partir de su concesión, nuestro Grupo dispondrá de tres Acreditaciones reconocidas por los Organismos antes indicados, y con los que se cubre las mezclas necesarias para la calibración de analizadores.

Elección de dos niveles de pureza para la gama internacional Alphagaz. Disponemos, según calidades, de botellas, recipientes criogenicos móviles y tanques criogenicos fijos. Alphagaz 1 para análisis hasta 10 ppm con especificaciones de H₂O < 3 ppm; O₂ < 2 ppm y CnHm < 0,5 ppm. Alphagaz 2 para analisis de gran precisión del orden de ppm e inferior con especificaciones de H₂O < 0,5 ppm; O₂ < 0,1 ppm; CO < 0,1 ppm; CO₂ < 0,1 ppm; CnHm < 0,1 ppm; H₂ < 0,1 ppm y N₂ < 0,1 ppm.

Alphagaz FIO. Producción insitu de aire, nitrógeno e hidrogeno de elevado nivel de pureza (hasta 99,99999%)



Todas estas gamas internacionales ALPHAGAZ, se utilizan en diferentes sectores de actividad.

REFINERIAS Y PETROQUIMICAS GASES PUROS Y MEZCLAS

Gases Alphagaz 1,2 y FLO como gases portadores en cromatografía gaseosa.

Mezclas liquidas de hidrocarburos como estándares de calibración para materias primas y productos acabados.

Mezclas liquidas de hidrocarburos PIANO (Parafinas, Isoparafinas, Aromáticos, Naftenos y Olefinas) en viales de 0,1 y 1 ml para inyección.

Mezclas gaseosas de hidrocarburos y odorizantes.

Mezclas VOC, SO₂, Nox, H₂S,... como estándares de calibración para emisiones.

Mezclas H₂O/N₂ como estándares de calibración de humedad.

Mezclas de estándares de referencia de gas natural.

Mezclas de oxigenados como estándares de calibración.

MATERIALES

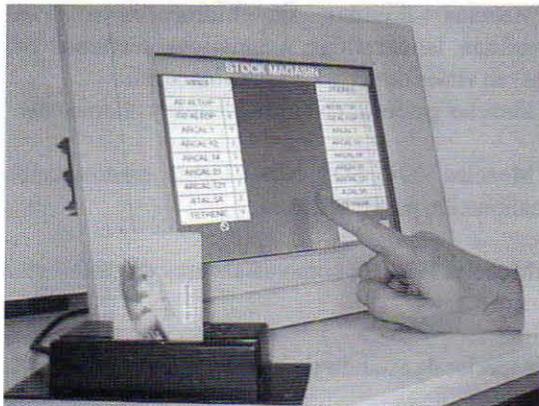
Materiales e instalaciones especialmente diseñadas para los gases Alphagaz 1 (Nivel de fuga < 10-6 mbar.l/s He) y Alphagaz 2 (Nivel de fuga < 10-7 mbar.l/s He)



SERVICIOS

Toda una gama de prestaciones diseñadas para optimizar la eficacia de su cadena de suministro de gas:

- Centro de Servicios
- Servicio DATAL
- Servicio gestión de envases
- Mantenimiento preventivo y correctivo (Servigaz)
- Auditoria de sus instalaciones
- Análisis de Gases
- Curso de Formación



De manera similar toda esta gama internacional de gases, materiales y servicios, son aplicables de manera personalizada para los siguientes sectores industriales:

CONTROL DE CONTAMINACIÓN

Empresas de servicios que le trabajan a las Comunidades Autónomas para el control de inmisión y emisión.

Laboratorios de Referencia de Sanidad o de Medio Ambiente.

Empresas autorizadas como entidades de inspección y control que efectúan los controles reglamentarios.

- Centrales térmicas
- Plantas incineradoras
- Fabricantes de vehículos
- Centro de homologación
- Gas natural
- Industria farmacéutica
- Universidades y centros I+D
- Industria química básica
- Industria pesada (siderúrgica, fundiciones, vidrieras, cementeras)
- Centrales nucleares
- Agroalimentación
- Electrónica

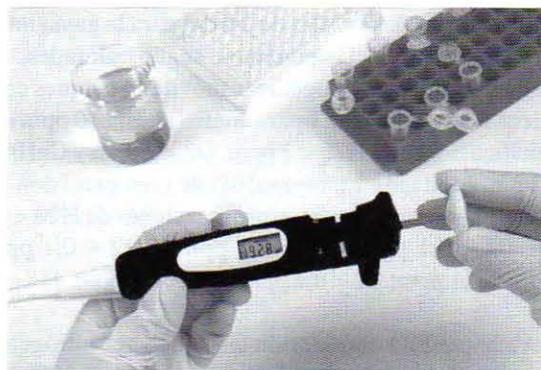
Para ampliar la información sobre nuestra gama internacional Alphagaz o para cualquier consulta técnica y/o comercial, contacte con:

Al Air Liquide España, S.A.
Paseo de la Castellana, 35 - 28046 Madrid
Teléf.: 91 502 93 00 - Fax.: 91 502 96 84
<http://www.lab.airliquide.com>



PIPETMAN® ULTRA

Como todas las pipetas Gilson, la Pipetman® Ultra ha sido diseñada y fabricada para proporcionar alta resistencia, exactitud y precisión, con un gran comodidad de manipulación, fácil mantenimiento y limpieza y cumpliendo con funciones GLP.



Su exclusiva pantalla multifuncional patentada por Gilson, es más legible, más precisa (con 4 dígitos) y elimina los errores de paralaje, proporcionando a su vez una fijación rápida del volumen.

Su mayor confortabilidad le ofrece manipulación con ambas manos, al ser su botón expulsor de puntas regulable, y reducción en el esfuerzo de pipeteo por su suavidad en la dispensación.



Su expulsor de puntas regulable que se adapta a cualquier tipo de punta le ofrece una mayor versatilidad.

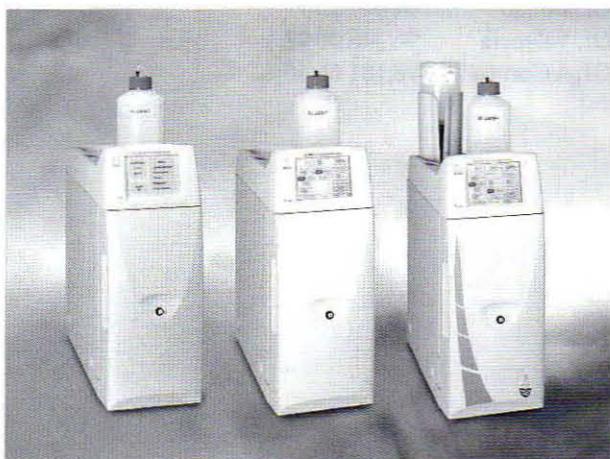
Además, es fácil de limpiar y desmontar, pudiendo calibrarse con una sola mano gracias a la llave electrónica de ajuste de volumen que se incluye al adquirir la Pipetman® Ultra.

Y todo manteniendo el amplio rango de volúmenes que posee su compañera la Pipetman® Clasic.



**EL EQUIPO ICS-2000 DE DIONEX:
GALARDON DE ORO AL MEJOR PRODUCTO
PITTCON 2003.**

El nuevo Cromatógrafo Iónico de DIONEX, ICS-2000, ganador de la medalla de oro de la reciente Pittcon 2003 al mejor producto nuevo, es el primer equipo compacto en el mundo que incorpora la tecnología Reagent-Free IC (RFIC).



El innovador sistema RFIC se basa en la preparación en línea de eluyentes añadiendo sólo agua desionizada. Esto permite ahorrar tiempo, trabajo y coste de operatividad, además de aumentar el alcance y la reproducibilidad del análisis iónico.

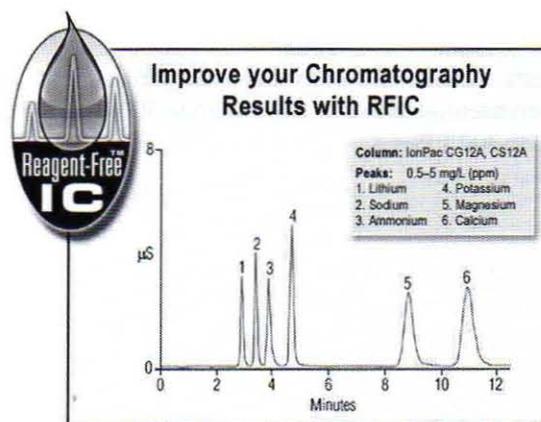
El sistema ICS-2000 integra este generador de eluyentes, así como la autosupresión química y electrolítica, para la producción de eluyentes de alta pureza.

La tecnología de generación de eluyentes RFIC junto con los nuevos sistemas de supresión permiten un acercamiento óptimo al análisis iónico. Con RFIC se eliminan los errores asociados a la preparación manual de eluyentes y mejora la reproducibilidad del método.

Ventajas de RFIC:

- Elimina tiempo y errores asociados a la preparación manual de eluyentes.
- Ahorra tiempo, trabajo y coste de operatividad.
- Mejora la reproducibilidad muestra a muestra, día a día, semana a semana, laboratorio a laboratorio.
- Fácil de manejar.
- Utiliza sólo agua desionizada.

Las mejoras técnicas que proporciona el sistema RFIC aumentan la productividad del laboratorio en otros aspectos. Mientras los eluyentes basados en carbonato han sido los eluyentes usados en Cromatografía Iónica durante muchos años, Dionex RFIC, permite tener acceso a una herramienta de gran utilidad: **los eluyentes basados en hidróxido.**



Esta figura muestra la superposición de 45 cromatogramas, ilustrando la reproducibilidad que proporciona la Generación de Eluyentes RFIC.

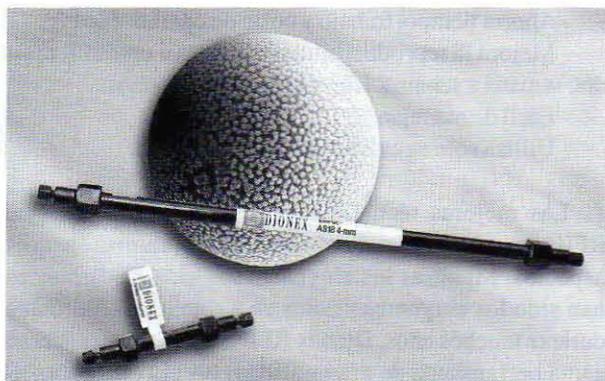
Los eluyentes "tipo hidróxido" tienen una mayor sensibilidad y un rango de linealidad más amplio para cada analito. Ahora, con RFIC, se pueden efectuar en Cromatografía Iónica separaciones en gradiente con facilidad, de rutina y muy fiables.



Aplicaciones de aniones:

La columna de intercambio iónico IonPac AS18 es selectiva al hidróxido y extiende la generación en línea de eluyentes RFIC a la determinación de aniones de rutina.

La AS18 se ha desarrollado para la separación rápida de aniones inorgánicos comunes y de bajo peso molecular, entre los que se hayan: fluoruro, acetato, cloruro, nitrito, bromuro, nitrato, carbonato, sulfato y fosfato.



Esta columna ha sido diseñada para cumplir los requerimientos de la U.S. EPA Método 300.0 part A y el Método 300.1 Part A.

Aplicaciones de cationes:

Los métodos de intercambio catiónico en cromatografía iónica son también más eficientes con RFIC. El eluyente MSA (ácido metanosulfónico) usado con la columna IonPac CS16 permite la separación isocrática de los cationes del Grupo I, Grupo II y el amonio.

Analizando trazas de aniones y cationes:

La generación de eluyentes convierte el análisis a nivel de trazas de aniones y cationes en rutina. El hidróxido producido por el cartucho EGC-KOH proporciona una línea base muy estable que facilita la integración. Para cationes el cartucho EGC-MSA proporciona MSA ultrapuro para una línea base estable y tiempos de retención reproducibles.

Control del sistema con el software CHROMELEON:

El sistema ICS-2000 con RFIC se controla totalmente desde el software Chromeleon. Con el editor de gradientes se puede generar con exactitud, reproducibilidad y simplicidad, la concentración de eluyente deseada.

El software Chromeleon potencia las capacidades de la generación de eluyentes haciéndola automática y fácil, además de ser adaptable a los requerimientos y necesidades de cualquier laboratorio.

Of. Barcelona	93 223 33 33
Of. Madrid	91 324 00 14
Of. Bilbao	94 447 19 99
Of. Valencia	96 348 90 92
Of. A Coruña	98 181 66 46

**Un Experto Extra
en su laboratorio:**

ELITE LaChrom



El nuevo Sistema de HPLC

LaChrom®Elite con sus nuevos "asistentes virtuales" puede automatizar y simplificar gran parte de las tareas habituales en HPLC, lo que le ahorra tiempo y esfuerzo en el laboratorio.

- ✦ Especificaciones excepcionales en términos de eficacia y fiabilidad
- ✦ Apto para todo tipo de columnas, desde 1 mm i.d. hasta ultrarrápidas
- ✦ Satisface las exigencias de la FDA, GMP y otros entornos de calidad
- ✦ Estación cromatográfica tipo Client / Server
- ✦ Valida su sistema y métodos automáticamente
- ✦ ¡Incluso puede desarrollar métodos de HPLC de forma automática!

LaChrom®Elite:

¡Es como tener un Experto en HPLC Extra en su laboratorio!

Software Empower™. ¿Quién dijo que un software para cromatografía debía ser complicado?

Micromass® MS Technologies. Una forma fácil de encontrar respuestas.

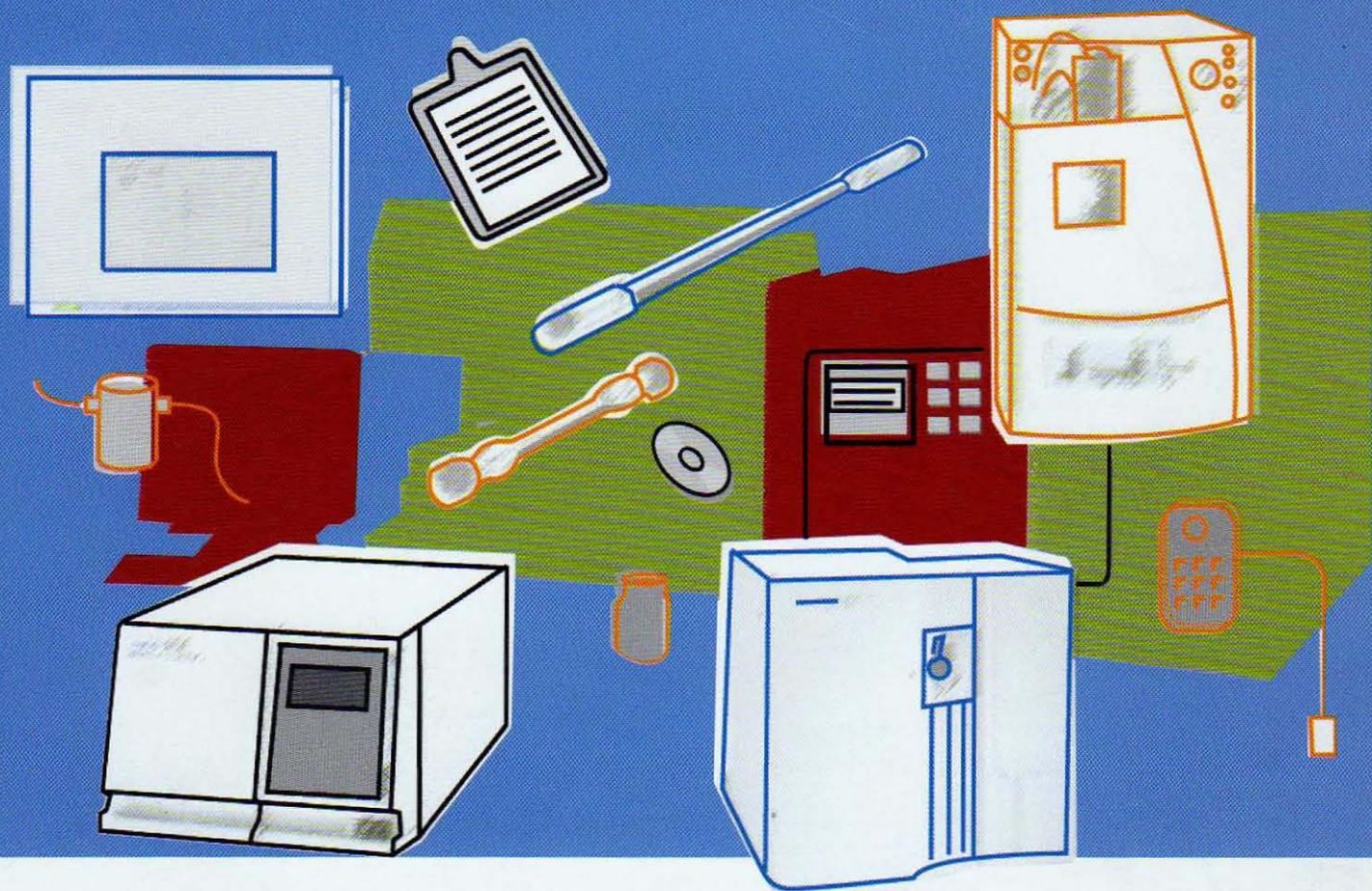
Columnas XTerra®. Separaciones sin límites.

Sistemas HPLC Alliance®. Siempre en marcha. Siempre funcionando.

Productos para EFS Oasis®. La solución a cualquier reto en preparación de muestras.

Columnas Atlantis™. Diseño inteligente para la retención de compuestos polares.

Programas Connections® Performance Assurance. Garantía de óptimo funcionamiento de la instrumentación y control del gasto.



Soluciones innovadoras. Puntualmente.

El compromiso de Waters es colaborar en que cada laboratorio alcance su máxima productividad aún cuando las exigencias en cumplimiento de normativas u otros aspectos aumenten. El compromiso de facilitar las tecnologías innovadoras que cada cliente necesita, cuando las necesita. Somos Waters. Somos puntuales. Si quiere conocerlos mejor, visite www.waters.com.

Waters
RIGHT ON TIME.