

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

26

BOLETIN DE LA SECYTA
VOLUMEN 26 NUM. 2 (2005)
WWW.SECYTA.ORG

Cromatografía iónica sin reactivos



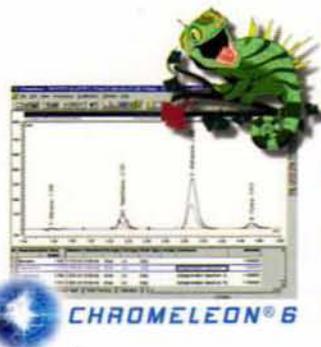
EL FUTURO DE LA CROMATOGRAFÍA IÓNICA



UTILICE SÓLO AGUA DESIONIZADA PARA LA
GENERACIÓN AUTOMÁTICA DE ELUYENTES

TECNOLOGÍA REAGENT-FREE IC

NUEVOS MODELOS DIONEX HPLC • SUMMIT



- ✓ Ahorro de tiempo, trabajo y coste.
- ✓ Mejora de la reproducibilidad.
- ✓ Rango más amplio.
- ✓ Mayor sensibilidad.
- ✓ Gradientes de forma fácil y de rutina.



VERTEX

www.vertex.es

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, diciembre de 2005 Vol. 26, núm. 2

ISSN 1132-1369

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

INDICE

54	Editorial
	ARTÍCULOS
55	Mejora de la sensibilidad de detección en análisis quiral por electroforesis capilar <i>por Carmen García-Ruiz y María Luisa Marina</i>
68	Técnicas miniaturizadas de preparación de muestras líquidas para análisis medioambientales <i>por Juan José Ramos y Lourdes Ramos</i>
	NOTICIAS DE LA SECyTA
88	La V Reunión Científica de la SECyTA
90	V Asamblea General de la SECyTA (34ª Asamblea del GCTA)
92	Nuevos socios
	INFORMACIONES
93	Congresos celebrados
95	Reseña de libros
96	Calendario de actividades
	DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS
99	Novedades técnicas
105	Impresos de solicitud de ayudas para congresos

Redacción: Isabel Martínez Castro (iqomc16@iqog.csic.es), Lourdes Ramos (lramos@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 (gerente.ifi@csic.es)
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91-562 29 00, ext 355

Comité Editorial: A. Cifuentes, M. de Frutos, E. Ibáñez, M.L. Marina, I. Martínez Castro, L. Ramos
Responsable página web (www.secyta.org): M. Fernández

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.

FINAL DE AÑO

Cuando este número de *Cromatografía y Técnicas Afines* llegue a vuestras manos, el año 2005 habrá terminado y el 2006 habrá comenzado su andadura. Es, pues, un buen momento para pasar revista a algunos de los acontecimientos en la vida de la SECyTA durante este año que termina.

La Reunión Científica de la SECyTA se ha celebrado en 2005 dentro del cuadro de las XI Jornadas de Análisis Instrumental (JAI), evento que ha formado parte de las Jornadas Técnicas de Expoquimia. Este año por primera vez, la organización científica de las JAI ha corrido a cargo de diversos Grupos y Asociaciones de Química Analítica, presididas y coordinadas en esta ocasión por la Sociedad Española de Química Analítica. Este nuevo esquema de organización científica de las Jornadas ha tomado el relevo de manos de Manuel Dabrio y Francisco Farré que han llevado a cabo esta misión desde los comienzos de las JAI. Dicen que partir es morir un poco. No sé lo que pensarán Manolo y Quico, pero para los que hemos seguido las JAI desde casi sus inicios, su partida ha supuesto una pena inmensa. Desde este editorial quiero darles las gracias por el esfuerzo que han puesto, la ilusión que han derrochado y el buen hacer que han demostrado en todos estos años para sacar adelante las JAI una edición tras otra. Gracias también por haber consolidado las Jornadas como una de los congresos científicos de referencia de la química analítica española. De todo corazón, ¡muchas gracias Manolo, ¡muchas gracias Quico!

También en el marco de las pasadas JAI tuvo lugar la V Asamblea Anual de la SECyTA. Este año, según establecen nuestros Estatutos, había que renovar la mitad de la Junta de Gobierno. Desde este número del Boletín quiero agradecer a Jordi Mañes, Amadeo Rodríguez, Alberto Cepeda, Miguel Ángel Cortés y Mercedes de Frutos, que han dejado la Junta, por todos estos años de servicio desinteresado a nuestra Sociedad. Todos ellos contribuyeron desde sus puestos a configurar la actual SECyTA a partir del GCTA. Jordi, Amadeo y Alberto se encargaron durante los últimos años de organizar las reuniones de Valencia (2001), Aguadulce (2003) y Lugo (1998), respectivamente. Miguel Ángel ha sido de inestimable ayuda en las relaciones de la Junta con las empresas colaboradoras. Mercedes ha sido uno de los vocales más activos en la Comisión de la Página Web. A todos ellos reitero las gracias, en nombre de todos los socios y en el mío propio, por su valiosa ayuda para sacar adelante la SECyTA. Al mismo tiempo me gustaría dar la bienvenida a Yolanda Picó, Ana Agüera, Coral Barbas, Félix Hernández y Miguel Ángel Pérez, que fueron elegidos como nuevos miembros de la Junta.

En el año 2004 se inició el proceso de adecuación de nuestros Estatutos a la Ley Orgánica 1/2002 reguladora del Derecho de Asociación. Aunque las modificaciones de éstos eran puramente formales, ha habido que seguir un proceso administrativo más largo de lo esperado, sobre todo para una mentalidad más adecuada a la Ciencia que al Derecho, como es la de las personas que nos hemos encargado de los trámites. Finalmente las modificaciones de los Estatutos han sido aprobadas por el Ministerio del Interior y éstos depositados en el Registro Nacional de Asociaciones. Por tanto, el 2005 cierra una página en el marco legal de nuestra Sociedad.

La Presidenta anterior, María Teresa Galcerán, inició las gestiones para que la SECyTA formase parte de la European Society of Separation Sciences (EuSSS), en aquellos momentos en pleno proceso de constitución y con sus Estatutos en redacción. En el año 2005 se ha finalizado el proceso de aprobación de dichos Estatutos por parte de las Sociedades Europeas que participan en la constitución de la EuSSS y se ha procedido a la solicitud formal de adhesión de estas Sociedades. ¿Qué queda para que la EuSSS inicie su singladura? La reunión de la Asamblea Constituyente, que probablemente tenga lugar en el otoño de 2006. Allí estará la SECyTA.

Sólo me queda desearos que el año 2006, recién comenzado, esté lleno de éxitos para todos vosotros.

J.C. Diez-Masa
Presidente de la SECyTA

ARTICULOS

Mejora de la sensibilidad de detección en análisis quiral por electroforesis capilar

C. García-Ruiz y M.L. Marina

Departamento de Química Analítica, Facultad de Química, Universidad de Alcalá,
Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33 600, 28871 Alcalá de Henares (Madrid), Spain

1. INTRODUCCIÓN

El análisis quiral por electroforesis capilar (CE) se enmarca fundamentalmente dentro de la cromatografía electrocinética (EKC). Esto es así porque los enantiómeros de un compuesto quiral poseen la misma movilidad electroforética bajo la aplicación de un campo eléctrico y sólo se separan si hay un selector quiral con el cual interaccionan de forma distinta, en cuyo caso, independientemente de la naturaleza del selector quiral (neutro o cargado) el mecanismo de separación se basa en un reparto cromatográfico de los enantiómeros entre el selector quiral y la disolución electrolítica. Es este criterio, establecido y defendido por Chankvetadze desde 1997 hasta la actualidad⁽¹⁻³⁾, el que se sigue mayoritariamente por aquéllos que trabajamos en análisis quiral; no obstante, hay algunos trabajos en los que se enmarcan las separaciones quirales dentro de la electroforesis capilar de zona (CZE), especialmente si se separan analitos cargados con selectores quirales neutros. Aunque en una proporción mucho menor, para el análisis quiral por CE también se han utilizado la electrocromatografía capilar (CEC), en la que se emplean columnas capilares rellenas o recubiertas de fase estacionaria con o sin el selector quiral, el cual puede ir en la fase móvil, y la electroforesis capilar en medios no acuosos (NACE) en la que el selector quiral está disuelto en un medio orgánico.

Es importante tener en cuenta que para algunas aplicaciones en el campo del análisis quiral por CE es necesario tener una elevada sensibilidad de detección. Por ejemplo, para la determinación de la pureza enantiomérica de un fármaco cuya impureza enantiomérica va a estar en una proporción inferior al 0.1%, para la determinación de compuestos quirales (p. ej. fármacos o metabolitos quirales) en muestras biológicas disponibles en una cantidad limitada, o para el análisis de muestras medioambientales que contienen pesticidas quirales o contaminantes persistentes quirales a niveles de ppbs (que supone una concentración molar de $\sim 3 \times 10^{-9}$ M para compuestos de un peso molecular de unos 300 g/mol). En todos estos casos, es necesario mejorar la sensibilidad de detección alcanzada por absorción UV-Visible, que es el modo de detección más empleado en CE. El aumento de la sensibilidad de

detección en CE se puede conseguir principalmente por medio de dos estrategias: (i) realizar un tratamiento previo de la muestra fuera de línea (*off-line*) o una preconcentración en la propia columna (*on-column*) y (ii) emplear sistemas de detección alternativos a la detección por absorción en el UV-Visible. Parece evidente que los mayores aumentos en la sensibilidad de detección se alcanzarán al combinar las técnicas de preconcentración con detectores alternativos.

Aunque el objetivo de este trabajo es dar una visión general de cómo se ha mejorado la sensibilidad de detección en aquellas aplicaciones en el campo del análisis quiral por CE desarrolladas hasta ahora llevando a cabo una preconcentración de la muestra o empleando sistemas de detección alternativos a la detección por absorción en el UV-Visible, se describirán de una forma muy breve los fundamentos de las distintas técnicas de preconcentración o de los sistemas de detección, algunos de ellos tratados en otros artículos publicados en esta misma revista⁽⁴⁻⁶⁾.

2. EMPLEO DE TÉCNICAS DE PRECONCENTRACIÓN EN EL ANÁLISIS QUIRAL POR CE

Las muestras pueden preconcentrarse durante la(s) etapa(s) de tratamiento de muestra, principalmente realizadas fuera de línea, o bien mediante una preconcentración en el propio capilar basada en principios electroforéticos.

Como tratamiento de muestra fuera de línea donde se realiza la preconcentración de los enantiómeros de un compuesto quiral en muestras de distinta naturaleza se han empleado principalmente la extracción en fase sólida (SPE), la extracción líquido-líquido (LLE), la microextracción en fase líquida (LPME) y la extracción líquido-sólido (SLE). Muy brevemente, en la SPE la muestra atraviesa una fase sólida que retiene los analitos, los cuales se eluyen con un volumen pequeño de disolvente. Para lo que más se utiliza es para la extracción y purificación de compuestos orgánicos en disolución. La LLE es una técnica de extracción clásica que permite extraer los analitos de una muestra líquida con un disolvente inmis-

cible. Como la extracción se basa en el establecimiento de un equilibrio de distribución es conveniente realizar varias extracciones sucesivas con el fin de aumentar la eficacia de la misma. La LPME permite extraer los analitos de muestras líquidas empleando volúmenes muy pequeños de una fase líquida extractora. Finalmente, la SLE permite extraer los analitos de una muestra sólida con un disolvente. Como en el caso de la LLE para aumentar la eficacia es necesario realizar extracciones sucesivas⁽⁷⁾. En todos estos casos, se obtiene un extracto final donde se ha preconcentrado el analito de interés.

Como ejemplos de aplicación de estas técnicas, la SPE se ha empleado para la extracción de un antagonista adrenoreceptor en muestras de plasma consiguiendo detectar $\sim 10^{-6}$ M de los enantiómeros de dicho fármaco⁽⁸⁾. Tras un tratamiento de las muestras por SPE, también se han podido detectar a niveles de 10^{-10} a 10^{-7} M los enantiómeros de herbicidas en muestras de agua enriquecidas⁽⁹⁾ y pesticidas como el vinclozolin y el imazalil a niveles de $\sim 10^{-6}$ M en bebidas como vino⁽¹¹⁾ y zumo de naranja⁽¹²⁾. La LLE se ha utilizado para extraer distintos fármacos como el ibuprofeno, la disopiramida, el praziquantel y la fluoxetina en muestras biológicas como plasma⁽¹³⁻¹⁶⁾ o suero⁽¹⁶⁻¹⁷⁾ llegando a detectarse concentraciones desde 6×10^{-8} a 5×10^{-7} M de los enantiómeros de estos fármacos. Además, los enantiómeros de pesticidas como el tiobencarbamato⁽¹⁸⁾ y contaminantes persistentes como los bifenilos policlorados⁽¹⁹⁾, se han detectado a nivel micromolar ($\sim 10^{-6}$ M) en medios de cultivo. Aunque mucho menos empleadas, también se encuentran aplicaciones de la SLE y la LPME en análisis quiral por CE. La SLE se ha empleado para extraer y preconcentrar herbicidas quirales en muestras de suelo enriquecidas alcanzando límites de detección para los enantiómeros de $\sim 5 \times 10^{-7}$ M⁽²⁰⁾. La LPME se ha utilizado para extraer y preconcentrar fármacos derivados del citalopram en plasma humano permitiendo detectar unas concentraciones de hasta 7×10^{-9} M de sus enantiómeros⁽²¹⁾. En todos estos casos, es importante remarcar que el proceso de extracción ha sido efectivo para concentrar los analitos lo suficiente para que sean detectables por detección de absorción en la región UV durante su análisis por CE.

Sin embargo, son las técnicas de preconcentración en el propio capilar las que han suscitado un mayor interés porque permiten la fácil automatización del proceso, que es una tendencia actual en química analítica. A pesar de ello, tan solo hay unos pocos trabajos publicados hasta el momento donde se realiza una preconcentración en el propio capilar de los enantiómeros de compuestos quirales separados por CE. Esto parece deberse a dos motivos principalmente, por un lado, a la necesidad de emplear

una estrategia más elaborada y compleja como implica el empaquetamiento o el recubrimiento de la pared con una fase estacionaria adecuada de una zona determinada del capilar o bien el acoplamiento de dos capilares para realizar una preconcentración por isotacoforesis, y por otro lado, a la dificultad de mantener la resolución enantiomérica de un compuesto quiral después de una preconcentración en línea basada en técnicas especiales de inyección y principios electroforéticos como son la preconcentración por acumulación (*stacking*) o por barrido (*sweeping*) porque está muy afectada por la matriz de la muestra que contiene al analito objeto de estudio.

A continuación, se describirán brevemente las técnicas de preconcentración en el capilar basadas en principios electroforéticos empleados en el análisis quiral por CE y que son la isotacoforesis, la preconcentración por acumulación y por barrido.

En la isotacoforesis (ITP), la preconcentración de la muestra se basa en la diferente movilidad de los iones de un tampón electroforético discontinuo (tampón frontal y terminal) y de los analitos. Cuando se aplica una diferencia de potencial, se crea un gradiente de potencial a lo largo del capilar porque se emplea un tampón frontal que contiene iones de mayor movilidad que los analitos y un tampón terminal que contiene iones de menor movilidad (a mayor movilidad, mayor conductividad y menor campo eléctrico) enfocándose los analitos en zonas. Aunque la isotacoforesis se puede realizar en el mismo capilar donde luego se hace la separación, en cuyo caso se habla de transiente ITP, se puede hacer en línea acoplando capilares diferentes, uno para realizar la isotacoforesis y otro para la separación⁽²²⁾.

La preconcentración por acumulación de muestra (*sample stacking*) se basa en la inyección de una zona de muestra preparada en una matriz con una resistencia considerablemente mayor, es decir con una menor conductividad, que la del tampón de separación. Así, al aplicar la diferencia de potencial entre los extremos del capilar de separación, los iones de la muestra adquieren velocidades electroforéticas mayores en la región de la muestra que en la región del tampón de separación de modo que la muestra reduce su velocidad y se enfoca en una zona estrecha entre ambas regiones. En este modo de preconcentración, también llamado preconcentración por acumulación de muestra normal (*normal stacking mode*, NSM), la muestra se disuelve en agua, en tampón de menor concentración que el tampón de separación o en disolventes orgánicos como el acetonitrilo y se inyecta hidrodinámicamente (normalmente aplicando una diferencia de presión durante un tiempo) en el capilar de separación. Si en situacio-

nes sin preconcentración la inyección hidrodinámica no debe sobrepasar el 3-4% de la longitud total del capilar para no perder eficacia, en estas condiciones de preconcentración se puede llenar entre el 10 y el 20 % del capilar sin perder eficacia. No obstante, también es posible llenar el capilar prácticamente en su totalidad si luego se pasa por una etapa de eliminación de la matriz aplicando una diferencia de potencial negativa (polaridad inversa) previamente a la aplicación de la polaridad normal para que se lleve a cabo la separación. Este modo de trabajo se denomina preconcentración por acumulación de muestra con polaridad invertida (*reverse electrode polarity stacking mode*, REPSM). También es posible emplear micelas con migración inversa y trabajar con polaridad invertida tanto para la preconcentración como para la separación. En este caso, se realiza una preconcentración por acumulación de muestra con micelas con migración invertida (*stacking with reverse migrating micelles*, SRMM) que puede incluir una banda de agua en cuyo caso se habla de preconcentración por acumulación de muestra con micelas con migración invertida y una banda de agua (*stacking with reverse migrating micelles and a water plug*, SRW). Sin embargo, cuando la inyección de la muestra es electrocinética (se aplica una diferencia de potencial durante un tiempo), la introducción de los analitos en el capilar depende del flujo electroosmótico, y sobre todo, de la carga y movilidad de los mismos. Si la preconcentración de los analitos se produce durante la inyección electrocinética entonces se habla de inyección con amplificación de campo (*field-amplified sample stacking*, FASS, también denominada *field-enhanced sample injection*, FESI, o *field-amplified sample injection*, FASI)⁽¹⁴⁻²³⁾.

La preconcentración por barrido (*sweeping*), implica un aumento excepcional en la sensibilidad de detección (> 1000 veces) en aquellos analitos que tengan constantes de asociación soluto-fase pseudoestacionaria (micelas o ciclodextrinas) elevadas. De hecho, $I_{sweep} = I_{inj} \cdot (1/l + k)$, donde I_{sweep} es la longitud de la zona de preconcentración por barrido, I_{inj} es la longitud de la zona inyectada y k el factor de retención del analito. Aunque en principio la matriz de la muestra debe tener la misma conductividad que el tampón de separación, también puede tener mayor o menor conductividad, lo realmente importante es que no contenga la fase pseudoestacionaria, que es la que produce la preconcentración del analito por barrido de la banda de muestra⁽²³⁻²⁴⁾.

En la Tabla 1 se muestran las principales aplicaciones realizadas en el campo del análisis quiral por CE empleando técnicas de preconcentración en el propio capilar basadas en principios electroforéticos

Se ha podido detectar una concentración de unos 10^{-5} M de los enantiómeros de la metadona⁽²⁵⁾ y de los enantiómeros del triptófano y de la norleucina derivatizados en muestras de orina y matrices iónicas complejas⁽²⁶⁻²⁷⁾ empleando la isotacoforesis

Por otro lado, como se observa en la Tabla 1, ha sido posible la detección de los enantiómeros de fármacos en muestras de plasma después de una preconcentración en el propio capilar por acumulación obteniendo límites de detección en el intervalo de 10^{-9} a 10^{-8} M, los cuales son adecuados para el análisis de muestras biológicas⁽²⁸⁻²⁹⁻³²⁻³³⁾. Sin embargo, no se han obtenido límites de detección tan prometedores en los resultados preliminares sobre la preconcentración por acumulación y barrido de un fungicida quiral (triadimenol), donde se han alcanzado límites de detección de 10^{-3} M que no son adecuados para el análisis de muestras medioambientales⁽³⁰⁾, o sobre la preconcentración por acumulación en acetonitrilo de los enantiómeros de derivados del naftilo y un aminoácido dansilado⁽³⁴⁾. No obstante, un ejemplo interesante donde se detecta a nivel de ppbs un pesticida se muestra en la Figura 1. En el electroforegrama se observan los enantiómeros de un herbicida fenoxiácido (fenoprop) en una muestra de agua de lago enriquecida con 9 ppb del enantiómero del herbicida que migra en primer lugar y 18 ppb del enantiómero del herbicida que migra en segundo lugar. En este estudio, se hace una preconcentración por barrido de la muestra de agua cuya conductividad se ha igualado a la del tampón de separación⁽³⁵⁾.

3. SISTEMAS DE DETECCIÓN ALTERNATIVOS A LA DETECCIÓN POR ABSORCIÓN EN EL UV-VISIBLE EMPLEADOS EN ANÁLISIS QUIRAL POR CE

La detección basada en la absorción de radiación UV-Visible es la más asequible y utilizada en CE. Desafortunadamente, la sensibilidad de este tipo de detección, que se hace en el propio capilar de separación, está limitada por el paso óptico, que se corresponde con el diámetro interno del mismo (normalmente de 25 a 100 micrometros), y aunque para compuestos quirales con grupos cromóforos pueden obtenerse unos límites de detección en el intervalo de 1 a 10 micromolar (10^{-6} - 10^{-5} M), hay casos en los que esta sensibilidad de detección no se alcanza (compuestos con poca absorptividad molar) o es insuficiente (muestras biológicas, medioambientales, alimentarias, etc.). Para incrementar la señal observada (la absorbancia (A), es directamente proporcional a la absorptividad molar (ϵ), el camino óptico (b) y la concentración molar (c); $A=\epsilon bc$) se han desarrollado varias estrategias para aumentar el camino óptico. Aunque se han realizado

Tabla 1. Tipo de preconcentración en el capilar, analitos estudiados, condiciones de detección y límites de detección (LODs) expresados en concentración molar, en el análisis de enantiómeros por CE

Preconcentración en el capilar	Analito/s (comentario de interés)	Detección	LOD (M)	Ref.
Isotacoforesis	Metadona	UV-200 nm	$\sim 10^{-8}$	25
Isotacoforesis	L-Triptófano y nortecucina derivatizados con 2,4-dinitrofenilo en orina y matrices iónicas complejas	UV a 200 nm	$\sim 10^{-8}$	26,27
Por acumulación	Isoproterenol en plasma (estudio farmacocinético)	Amperométrica	$\sim 3 \times 10^{-9}$	28
Por acumulación con inyección de muestra con amplificación de campo	Antagonista adrenoreceptor en plasma	UV a 200 nm	$\sim 4 \times 10^{-9}$	29
Por acumulación con micelas con migración inversa	Triadimenol	UV a 200 nm	$\sim 10^{-5}$	30
Por acumulación en dos etapas	Terbutalina, bambuterol, efedrina, bromfeniramina y propranolol	UV a 210 nm	$\sim 10^{-8}$	31
Por acumulación en dos etapas	Bambuterol en plasma	UV a 210 nm	$\sim 2 \times 10^{-9}$	32,33
Por acumulación con acetonitrilo	Naftilo derivados y un aminoácido dansilado*	UV a 220 nm	-	34
Por barrido	Triadimenol	UV a 200 nm	$\sim 10^{-5}$	30

*Aminoácido dansilado: aminoácido derivatizado con cloruro de dansilo.

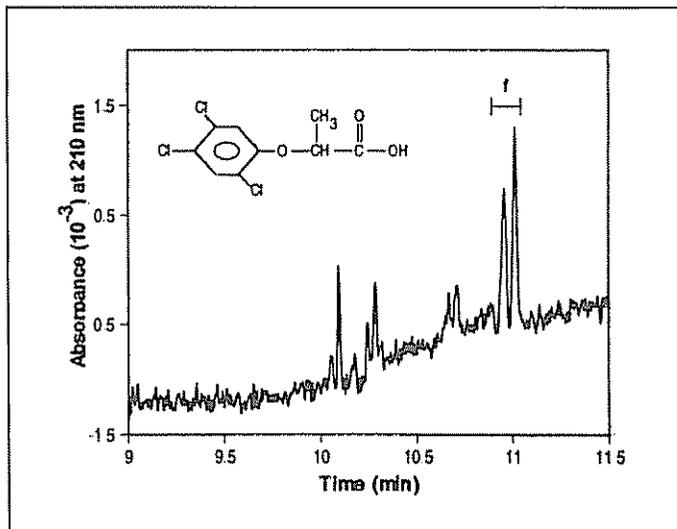


Figura 1. Electroforegrama correspondiente a un herbicida fenoxiácido (fenoprop), para el que se indica su fórmula, en una muestra de agua de lago enriquecida con 9 ppb del enantiómero que migra en primer lugar y 18 ppb del que migra en segundo lugar. Condiciones electroforéticas: Capilar de sílice fundida con longitud hasta el detector (l_d) de 56 cm, longitud total (l_t) de 64.5 cm y con 50 micrómetros de diámetro interno (ID); Tampón de separación, ácido fosfórico 40 mM (pH 2.0) con 50 mM SDS y 15 mM γ -ciclodextrina; Temperatura de separación, 20 °C; Voltaje aplicado para la separación electroforética, -18 kV; Inyección de una zona de muestra de 21 cm. de una disolución de fenoprop en agua de lago cuya conductividad se ha ajustado a la del tampón de separación con 500 mM de ácido fosfórico. Detección UV a 210 nm. f indica los dos enantiómeros de fenoprop. Reproducido de la ref. 23

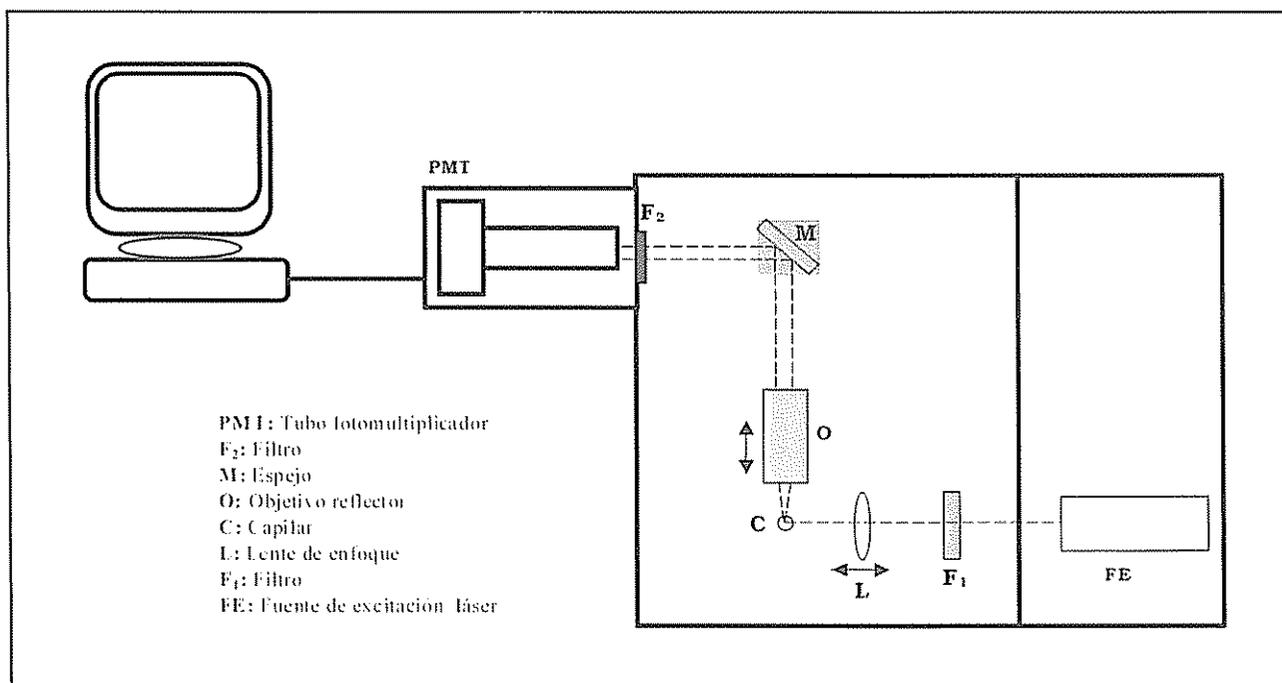


Figura 2. Configuración básica para el acoplamiento de la CE con detección por fluorescencia inducida por láser (LIF). Reproducido de la ref 5

diseños especiales de la ventana de detección, como las celdas de burbuja (*bubble-cells*) y las celdas en forma de Z (*Z-shaped cells*)⁽⁴⁾, éstas presentan como inconveniente la disminución de la resolución enantiomérica cuando las bandas separadas de los enantiómeros cruzan la ventana especial de detección. Además, las células de detección en forma de Z pueden producir problemas de fugas de disolución e incluso inestabilidad de la intensidad de corriente, lo que explica su uso tan limitado.

Para mejorar la sensibilidad de detección en concentración asociada a la detección por absorción en la región UV-Visible, la opción más efectiva es la elección de sistemas de detección alternativos como otros detectores ópticos, detectores de espectrometría de masas o detectores electroquímicos.

De los detectores ópticos alternativos a la detección por absorción en el UV-Visible desarrollados hasta nuestros días para CE: detección de fluorescencia inducida por láser (LIF), de fosforescencia, infrarrojo, raman y quimioluminiscencia, se comentarán por su mayor interés en el análisis quiral por CE la detección LIF y la detección por fosforescencia.

Aunque la detección LIF se limita a compuestos con fluorescencia nativa o derivatizados con un agente fluoróforo, proporciona bajos LODs y una selectividad adicional a la detección UV-Visible que es "casi" universal. La Figura 2 muestra la instrumentación básica para un sistema de detección LIF. Este sistema requiere una fuente de excitación (láser), una célula de detección (que suele ser el propio capilar), un sistema óptico para una adecuada excitación y posterior recolección de la fluorescencia emitida y un fotomultiplicador que se conecta con un sistema de adquisición de datos⁽⁵⁾. En la Tabla 2 se muestran las aplicaciones más recientes en el campo de las enantioseparaciones por CE con detección LIF. Aunque se han detectado los enantiómeros de herbicidas y fármacos, es sin duda la detección de los enantiómeros de los aminoácidos para lo que más se emplea este sistema de detección. De hecho, se observan límites de detección muy favorables comprendidos entre 4×10^{-10} y 10^{-8} M para la detección de los enantiómeros de aminoácidos derivatizados previamente a su inyección en el sistema electroforético⁽³⁵⁻⁴⁰⁾. La Figura 3 muestra la presencia de los dos enantiómeros del triptófano, el L-Trp y el D-Trp, en una muestra de orina humana. El estudio de la presencia de D-aminoácidos es interesante porque la forma D parece jugar un papel importante en los organismos vivos⁽³⁸⁾. Por otro lado, se ha publicado la detección de concentraciones del orden de 7×10^{-7} M de los enantiómeros del fenprocoumon⁽⁴¹⁾ y 10^{-7} M de los enantiómeros del tramadol⁽⁴²⁾ en muestras de orina obteniendo

en estos casos una buena selectividad de separación. Cabe destacar, que se han alcanzado unos límites de detección en el intervalo nanomolar para los enantiómeros de un grupo de herbicidas fenoxiácidos derivatizados con el ácido 7-aminonaftaleno-1,3-disulfónico (ANDSA), los cuales son adecuados para analizar muestras medioambientales⁽⁴³⁾.

Por otro lado, la detección por fosforescencia, que es una técnica de detección muy novedosa en CE, se ha aplicado recientemente al campo del análisis quiral por CE. La instrumentación básica en este tipo de detección es similar a la del detector LIF pero en este caso la fuente de excitación suele ser una lámpara que emite en la región UV-Visible⁽⁴⁶⁾. Además, en esta detección es necesaria la desoxigenación continua del tampón de separación para evitar la amortiguación de la fosforescencia producida por el oxígeno. Aunque el intervalo de aplicabilidad de la detección por fosforescencia amortiguada de moléculas neutras parece ser amplia, en nuestro conocimiento sólo se ha publicado una aplicación hasta nuestros días. En este trabajo, se han alcanzado unos límites de detección ($\sim 10^{-7}$ M) más de tres órdenes de magnitud menores que los obtenidos por detección UV para los enantiómeros del compuesto quiral y neutro canforquinona⁽⁴⁴⁾. Este aumento de la sensibilidad se debe a que esta molécula amortigua de forma muy efectiva la fosforescencia emitida por el ácido 1-bromonaftalenosulfónico y a que, además, la canforquinona presenta muy baja absorptividad molar.

El acoplamiento de la CE quiral a la detección por espectrometría de masas (MS) ha aumentado en los últimos años tal y como se refleja en la bibliografía incluida en la Tabla 2 donde se han agrupado la mayoría de los trabajos publicados hasta nuestros días. Esta detección es universal, selectiva, y permite obtener información estructural. La instrumentación básica para el acoplamiento CE-MS se muestra en la Figura 4⁽⁴⁷⁾. Una vez realizada la separación en el sistema electroforético, los analitos se introducen en el espectrómetro de masas haciendo uso de una interfase, normalmente una interfase con flujo adicional (*sheath liquid*), que además de cerrar el circuito eléctrico permite la nebulización de la disolución. Posteriormente, se produce la ionización de los analitos, generalmente por una ionización por electrospray (ESI), antes de que se produzca la detección en el espectrómetro de masas que suele ser un cuadrupolo o una trampa de iones.

Sin embargo, este sistema de detección presenta un problema importante en análisis quiral por CE asociado a la introducción en el espectrómetro de masas de selectores quirales no volátiles, los cuales afectan la sensibilidad

Tabla 2. Sistemas de detección alternativos a la detección por absorción en la región UV-Visible, analitos estudiados, y límites de detección (LODs) expresados en concentración molar, obtenidos en el análisis de enantiómeros por CE

Sistema de detección	Analito/s (comentario de interés)	LOD (M)	Ref.
LIF ($\lambda_{exc}=442$ nm; $\lambda_{exc}=490$ nm)	CBI-aminoácidos (Thr, Asp, Ile, Tyr, Phe, Ser, Leu, Val, Met, Arg)	$\sim 4 \times 10^{-10}$	35
Diodo LIF ($\lambda_{exc}=635$ nm)	CBI- aminoácidos (Ala, Glu, Val, Phe, Tyr, Trp)	$\sim 2 \times 10^{-8}$	36
LIF ($\lambda_{exc}=457$ nm)	CBI- aminoácidos (Tyr, Ile, Asp, Met, Trp, Phe)	3×10^{-8}	37
LIF ($\lambda_{exc}=457$ nm)	CBI-triptófano en muestras biológicas	3×10^{-8}	38
LIF ($\lambda_{exc}=457.9$ nm; $\lambda_{em}=495$ nm)	CBI-ácido aspártico en cerebro de rata	$\sim 10^{-8}$	39
LIF ($\lambda_{exc}=488$ nm; $\lambda_{em}=520$ nm)	FITC- aminoácidos (Pro, Asp, Ser, Asn, Glu, Ala, and Arg) en zumos y concentrados de naranja	$\sim 3 \times 10^{-9}$	40
LIF ($\lambda_{exc}=325$ nm; $\lambda_{em}=405$ nm)	Fenprocoumon en orina	$\sim 7 \times 10^{-7}$	41
LIF ($\lambda_{exc}=257$ nm)	Tramadol and O-demetil tramadol glucurónido en orina humana	$\sim 2 \times 10^{-7}$	42
LIF ($\lambda_{exc}=325$ nm; $\lambda_{em}=420$ nm)	ANDSA-fenoxiácidos (silvex, mecoprop, diclorprop, 2, 4-CPAA, 2,4,5-CPAA, PPA, 2-CPPA, 3-CPPA, 4-CPPA)	$\sim 10^{-8}$	43
Fosforescencia amortiguada	Canforquinona en medio de cultivo (estudio de su degradación estereoselectiva por una levadura)	$\sim 7 \times 10^{-7}$	44
ESI-MS	Terbutalina y efedrina en orina enriquecida (acoplamiento directo CE-ESI-MS)	$\sim 10^{-7}$	45
ESI-MS	Metilenedioxi-anfetamina (acoplamiento directo CE-ESI-MS)	$\sim 2 \times 10^{-5}$	46
ESI-MS	Diclorprop, fenoprop, mecoprop (acoplamiento directo CE-ESI-MS)	-	47
ESI-MS	Ropivacama (empleo de una configuración especial con un sistema capilar que permite cambio del voltaje)	-	48
ESI-MS	Fármacos aniónicos (carprofeno, flurbiprofeno, ketoprofeno, naproxeno, etodolaco y sus metabolitos, ibuprofeno y sus metabolitos)	-	49
ESI-MS	Terbutalina, ketamina, propranolol	$\sim 10^{-4}$	50
ESI-MS	Fármacos básicos (etilefrina, mianserina, dimetindeno, clorfeniramina), ácidos trópicos (empleo de la técnica de migración en contracorriente)	-	51
ESI-MS	Ácido canforsulfónico, ácido trópico, ibuprofeno, ketoprofeno, warfarina (empleo de la técnica de llenado parcial)	$\sim 10^{-5}$	52

Tabla 2. Continuación.

Sistema de detección	Analito/s (comentario de interés)	LOD (M)	Ref.
ESI-MS	Bupivacaina y ropivacaina (empleo de la técnica de llenado parcial)	$\sim 10^{-4}$	53
ESI-MS	Tramadol y su principal metabolito de la fase I (empleo de la técnica de llenado parcial)	$< 5 \times 10^{-7}$	54
ESI-MS	3-aminopirrolidina, α -amino- ϵ -caprolactamo, cicloserina (empleo de la técnica de llenado parcial)	$< 5 \times 10^{-4}$	55
ESI-MS-MS	Antagonista adrenoreceptor (empleo de la técnica de llenado parcial)	$\sim 2 \times 10^{-8}$	56
ESI-MS	Clenbuterol en plasma (empleo de la técnica de llenado parcial)	$\sim 10^{-6}$	57
ESI-MS	Anfetaminas, venlafaxina, tropano alcaloides, metadona y sus metabolitos en suero (empleo de la técnica de llenado parcial)	$\sim 10^{-8}$	58
ESI-MS	Bupivacaina, mepivacaina, ketamina y prilocaina (empleo de las técnicas de migración en contracorriente y de llenado parcial)	$< 10^{-4}$	59
ESI-MS	1,1'-binaftol (empleo de una micela polimérica)	$\sim 10^{-5}$	60
ESI-MS	Aminoácidos y neurotransmisores en células sanguíneas (empleo de un éter corona como selector quiral y tampón)	$\sim 10^{-9}$	61
ESI-MS	Anfetaminas en orina	$\sim 2 \times 10^{-7}$	62
ESI-MS-MS	3 Fármacos básicos en muestras <i>in vivo</i> (empleo de una interfase casera)	$\sim 10^{-5}$ (10^{-8})	63
ESI-MS-MS	Anfetaminas (detección e identificación de las impurezas de L-efedrina y D-pseudoefedrina)	$\sim 10^{-3}$	64
Amperométrica	Isoproterenol en plasma (estudio farmacocinético)	$\sim 3 \times 10^{-9}$	28
Amperométrica	Amino derivados [<i>threo</i> -2-amino-1-(4-nitrofenil)-1,3-propanediol; <i>threo</i> -2-(dimetilamino)-1-(4-nitrofenil)-1,3-propanediol] (determinación de la pureza enantiomérica de lotes sintéticos)	$< 10^{-5}$	65

CBI-aminoácidos: cianobenzoisoiindol aminoácidos, aminoácidos derivatizados con el naftaleno-2,3-dicarboxaldehido; FITC-aminoácidos: fluorescein isotiocianato aminoácidos; ANDSA-fenoxiácidos: fenoxiácidos derivatizados con el ácido 7-aminonaftaleno-1,3-disulfónico; ESI: ionización por electrospray; 2,4-CPAA, ácido (2,4-diclorofenoxi) acético; 2,4,5-CPAA, ácido (2,4,5-triclorofenoxi) acético; PPA, ácido 2-fenoxipropiónico; 2-CPPA, ácido 2-(2-clorofenoxi)propiónico; 3-CPPA, ácido 2-(3-clorofenoxi)propiónico; 4-CPPA, ácido 2-(4-clorofenoxi)propiónico.

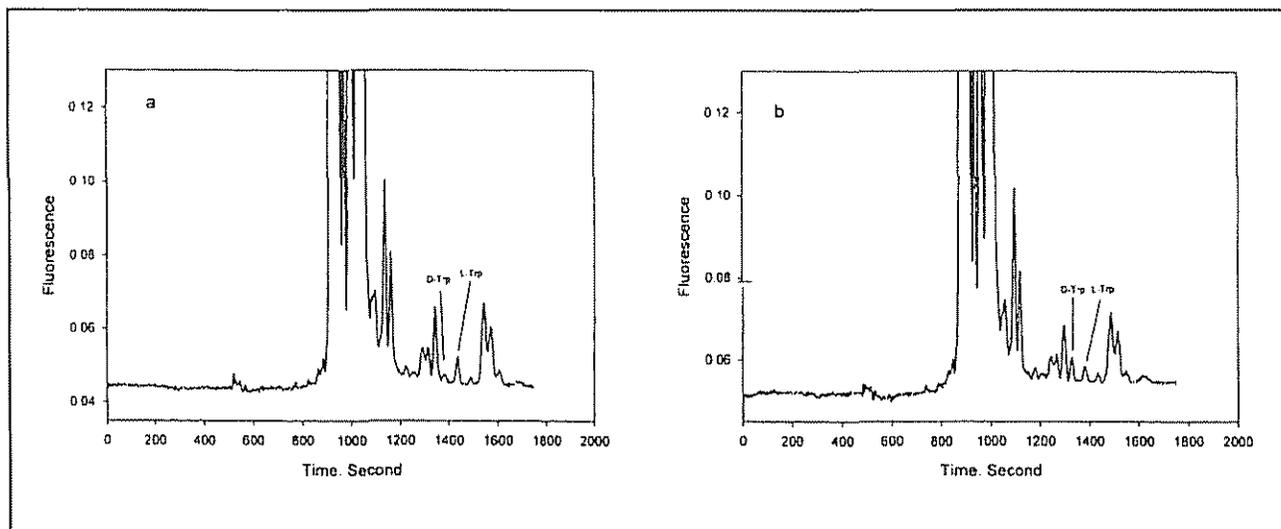


Figura 3. Electroforegramas correspondientes a la separación de los enantiómeros del triptófano (D-Trp y L-Trp) en una muestra de orina antes (a) y después (b) de ser enriquecida con 1.6×10^{-6} M de D-Trp. Condiciones electroforéticas: Capilar de sílice fundida con $l_d=50$ cm y $75 \mu\text{m}$ ID; Tampón de separación, borato 50 mM a pH 9.0 con SDS 150 mM y HP- β -CD 15 mM; Temperatura de separación, 25 °C; Voltaje aplicado, 15 kV; Inyección de muestra por una diferencia de altura de los extremos del capilar de 20 cm durante 20 s. Detección LIF a 457.9 nm (longitud de onda de excitación) y recogida de la emisión a >495 nm. Reproducido de la ref. 38

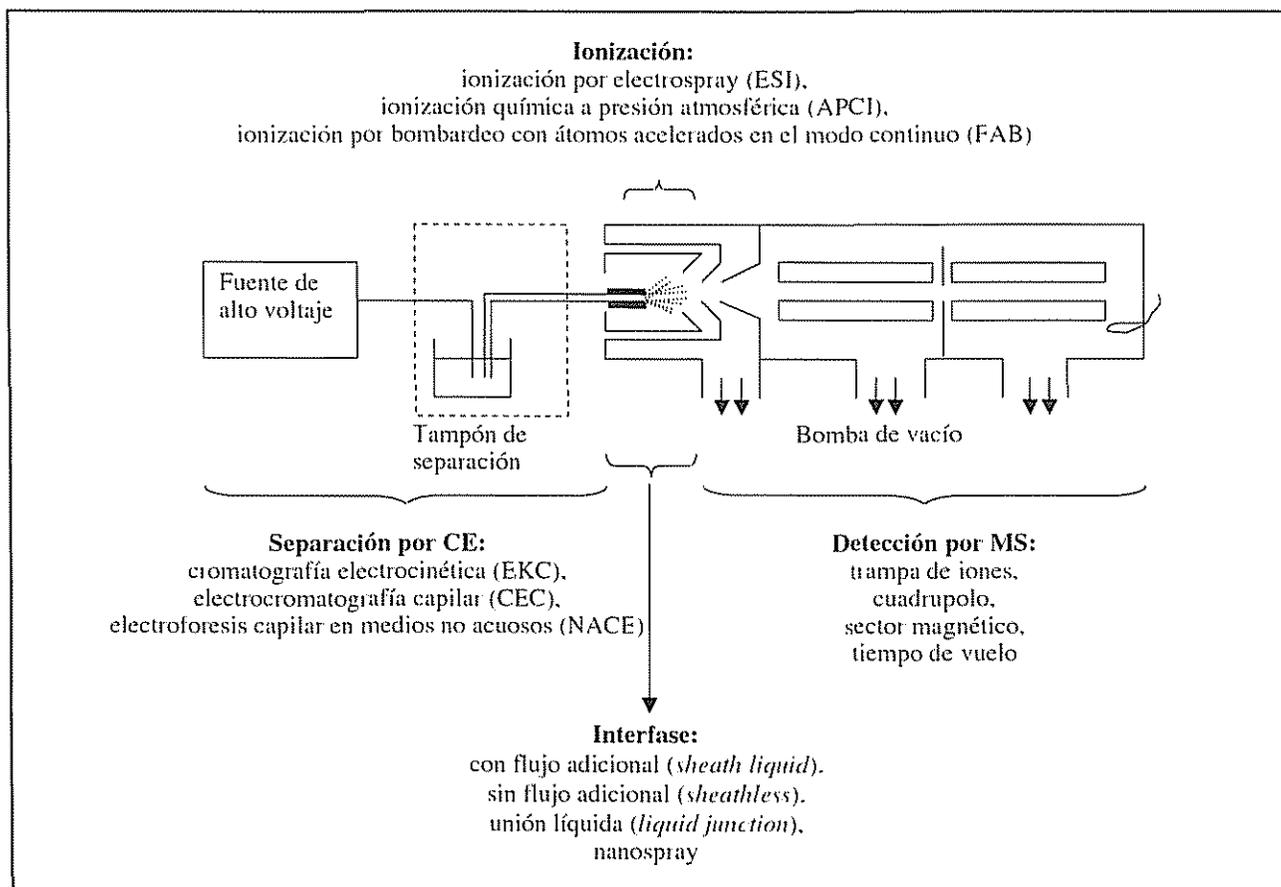


Figura 4. Configuración básica para el acoplamiento de la CE con espectrometría de masas. Adaptado de la ref. 67

y la estabilidad del mismo. Aunque hay varios trabajos en los cuales el selector quiral se introduce directamente dentro del espectrómetro de masas obteniendo resultados satisfactorios⁽⁴⁵⁻⁴⁷⁾, la mayoría de los trabajos publicados hasta la fecha evitan la introducción del selector quiral en el detector de MS.

Hasta nuestros días, las dos técnicas empleadas para evitar la introducción de los selectores quirales no volátiles en el espectrómetro de masas son: la técnica del llenado parcial y de la migración en contracorriente⁽⁶⁸⁾. La técnica del llenado parcial se basa en rellenar una zona del capilar con tampón conteniendo selector quiral, donde se produce la separación de los enantiómeros, y la zona próxima al detector con tampón sin selector quiral, por donde los enantiómeros pasan una vez separados previamente a su introducción en el espectrómetro de masas. En la técnica de la migración en contracorriente, se emplea un selector quiral cargado en unas condiciones experimentales tales que se controle el flujo electroosmótico para evitar que el selector quiral alcance el espectrómetro de masas, donde sólo deben llegar los enantiómeros.

En análisis quiral por CE con detección por MS, la técnica del llenado parcial es la que más se ha empleado aunque la combinación de las técnicas del llenado parcial junto a la migración en contracorriente del selector quiral es la que ha proporcionado resultados más satisfactorios. Con detección MS se han alcanzado límites de detección comprendidos entre 10^{-9} a 10^{-3} M tal y como puede observarse en la Tabla 2. Aunque posible, no es fácil mejorar la sensibilidad de detección por MS con respecto a la detección por absorción en el UV-Visible para compuestos con elevada absorción en esta región. Esto se debe a dos motivos principalmente: (i) el volumen tan pequeño que se inyecta en el sistema electroforético, que es del orden de los nL y (ii) la dilución producida por el líquido auxiliar empleado en la interfase necesaria para la nebulización y que en las aplicaciones desarrolladas en el campo del análisis quiral empleando CE es la interfase con flujo adicional (*sheath liquid*).

La Figura 5 muestra la detección de los enantiómeros de la metadona y su metabolito de fase I en una muestra de suero humano después de su extracción líquido-líquido empleando CE-ESI-MS. Se han obtenido límites de detección unas 10 veces mejores que los obtenidos con detección UV para los enantiómeros de la metadona y su metabolito⁽⁵⁹⁾. La Tabla 2, también muestra que el número de aplicaciones de CE-MS en el análisis quiral ha aumentado durante los últimos años. Así, el acoplamiento CE-MS se ha empleado para determinar compuestos quirales en muestras biológicas^(57, 58, 61-63), para identificar fármacos

quirales y sus metabolitos^(54, 58) o para determinar la pureza enantiomérica de fármacos⁽⁶⁴⁾. Por otro lado, es importante remarcar que un aspecto de gran interés en el acoplamiento CE-MS es el desarrollo y estudio de selectores quirales compatibles con MS, como son las micelas poliméricas⁽⁶⁶⁾ o los éteres corona⁽⁶¹⁾.

La detección electroquímica es la técnica de detección menos utilizada en CE y también en el campo del análisis quiral. Aunque proporciona selectividad y sensibilidad mayores que la detección por absorción en la región UV-Visible, su aplicabilidad está limitada a compuestos electroactivos. Aunque puede emplearse detección amperométrica, voltamperométrica, conductimétrica y potenciométrica, es la detección amperométrica la que se emplea mayoritariamente en CE con detección electroquímica y de forma exclusiva en el campo del análisis quiral por CE. Se pueden emplear electrodos de carbón o metálicos de distintas geometrías (disco, cilíndrico, tubular) cuyo potencial debe aislarse del potencial aplicado en el sistema electroforético. Con este fin, la detección electroquímica se realiza al final o fuera del capilar de separación⁽⁶⁹⁾. La Tabla 2 agrupa las aplicaciones realizadas con CE quiral empleando detección electroquímica. Se han obtenido límites de detección comprendidos entre 3×10^{-9} y 10^{-5} M. Empleando este sistema de detección se ha establecido la farmacocinética de los enantiómeros del isoproterenol en muestras de plasma⁽²⁸⁾ y se ha determinado la pureza enantiomérica de lotes sintéticos preparados en el laboratorio de derivados de amina⁽⁶⁵⁾. Un ejemplo interesante se ilustra en la Figura 6, que muestra la detección amperométrica de lotes sintéticos de los enantiómeros D y L (del orden de 5 % del enantiómero L) de (A) *threo*-2-amino-1-(4-nitrofenil)-1,3-propanediol y (B) *threo*-2-(dimetilamino)-1-(4-nitrofenil)-1,3-propanediol empleando un electrodo metálico con un disco de Cobre de 220 micrometros y un potencial de trabajo de 675 mV⁽⁶⁵⁾. Es importante indicar que la detección electroquímica resulta prometedora dentro del campo de los microchips por su compatibilidad con las tecnologías de microfabricación⁽⁷⁰⁾.

4. CONCLUSIONES

Aunque la detección basada en la absorción de radiación UV-Visible es la más asequible y utilizada hoy en día en CE, su sensibilidad de detección depende del paso óptico, que se corresponde con el diámetro interno del capilar, y aunque para compuestos quirales con grupos cromóforos pueden obtenerse unos límites de detección del orden de 10^{-6} - 10^{-5} M, hay casos en los que esta sensibilidad de detección no se alcanza, como ocurre con los compuestos con poca absorptividad molar, o es insuficien-



HPLC+HRGC/MS KONIK K2 Q12[®]



El universo de las moléculas... el mundo de KONIK
más de 25 años de INNOVACIÓN

KONIK MSQ12[®] GC-MS
4-1500 amu
Cambio rápido de fuentes



KONIK K2[®] HPLC+GC
Multidimensional
Patentado



KONIK LC/MS
Flexibilidad total



KONIK GC+ROBOKROM[®]
AS, HS, P&T, SP_{HE}, THD
Multimodal

la nueva dimensión en análisis molecular

KONIK - TECH[®]

KROM+MASS
www.konik-group.com

BARCELONA

Av. Cerdanyola, 73, 08172 Sant Cugat, Barcelona
T (+34) 93.590.28.40 F (+34) 93.590.28.44
e-mail: ventas@konik-group.com

MADRID

Corredor José de Pasamonte, 31, L1, 28030 Madrid
Tel. (+34) 91.328.25.26 Fax (+34) 91.328.36.54
e-mail: madrid@konik-group.com

MIAMI

6065 NW, 167th St., Suite B-20, Miami, Florida 33015
Tel. (+1) 305.557.22.12 Fax (+1) 305.556.47.21
e-mail: miami@konik-group.com

Agentes y distribuidores en 70 países



LINEA
COMPLETA

KONIK
2006

Descubra las ventajas de
todos los acoplamientos

www.konik-group.com



KONIK MS Q12®

4-2000 amu

Cambio rápido de fuentes

El sistema combinado HRGC/HPLC+MS incorpora opcionalmente:
Fuente para acoplamiento HRGC: permite ionización por impacto electrónico e ionización química; iones positivos y negativos.
En el modo IQ (-) es el sistema más sensible del mercado.
Fuente para acoplamiento HPLC: optimizada para ionización a presión atmosférica (API) y electrospray (ESI).
Permite fácil análisis de péptidos y compuestos de alto peso molecular.

Máxima sensibilidad y resolución



KONIK ROBOKROM®

AS, HS, P&T, SPµE. Multimodal

Flexibilidad inigualada

Sistema totalmente innovador exclusivo de KONIK. Puede configurarse a voluntad para siete modos operativos: (1) P&T: Purga y Trampa, (2) Espacio de Cabeza Estático, (3) µ-Extracción en Fase Sólida, (4) Desorción Térmica, (5) Inyección de Líquidos HRGC, (6) Inyección de Líquidos HPLC, (7) Micro-concentrador.
Opciones: Microagitación, evaporación controlada, microdosificación, microreacción. Estación de microquímica completa (derivatización precolumna, concentración, spiking,...). Soluciones combinadas con HRGC únicas: TOGA, BTX, EPA,...



KONIK HRGC 4000

Horno ±0.1°C / Inyector Estanco / Neumática Digital

Máxima productividad

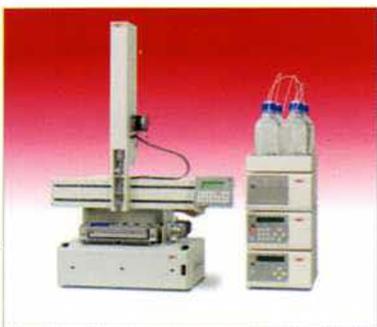
Cromatografía ultra-rápida: Horno de alta precisión y muy baja inercia térmica. Neumática digital (EPC y EMC). Temperatura de 25°C a 490°C en incrementos y visualización de 0.1°C.
Inyector estanco con septum frío (sin purga de septum): garantiza la máxima integridad de la muestra para compuestos de alto y bajo peso molecular. Ahorro de gas.
Todas las opciones de inyección disponibles para cualquier tipo de columna.
Gama completa de detectores, inclusive masas.



KONIK HPLC 550

6 Disolventes

Programación Temperatura



KONIK HPLC 550 TORRE y HPLC 600 MONOBLOQUE

Línea completa en HPLC: Isocrático, Gradientes, Biocompatible, Semi-preparativo, Iónico, etc. Detectores Fluorescencia, PDA, UV-VIS, Índice de Refracción, Conductividad, Electroquímico, Masas, EVLSD, etc. La solución óptima para su laboratorio con la mejor relación calidad/precio.

KONIK HPLC+HRGC K2 MULTIDIMENSIONAL

Único sistema comercializado HPLC+HRGC MULTIDIMENSIONAL (patentado US,6,402,947 B1).
Análisis de Pesticidas, PAH's, PCB's, ... por inyección directa de la muestra (aceites, concentrados, etc) en el HPLC.

Automatización total

EXPOQUIMIA
2005

stands
D836 / D838
PABELLÓN 2

Visítenos



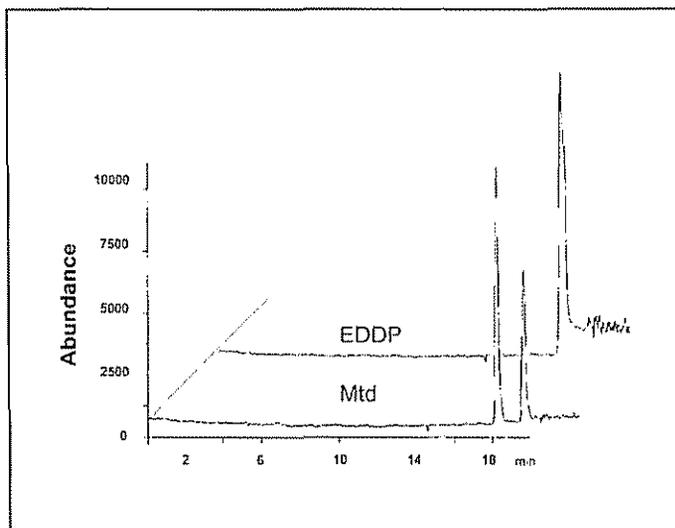


Figura 5. Electroforegramas mostrando la separación enantiomérica de la metadona (Mtd) y un metabolito de la fase I (EDDP, 2-etil-1,5-dimetil-3,3-difenil-pirrolidina) después de una extracción líquido-líquido del suero de un paciente. Condiciones electroforéticas: Capilar recubierto con polivinilalcohol (PVA), $l_d=61.5$ cm, $l_t=70$ cm con $50 \mu\text{m}$ ID; Tampón de separación, acetato amónico 40 mM a pH 4.0 con carboxymethyl β -CD 1 mg/mL; Voltaje aplicado, 30 kV; Temperatura de separación, 20°C ; Inyección de 50 mbar durante 2 s. Llenado parcial del 90 % del capilar. Condiciones de ESI-MS: Modo de ión positivo SIM; Voltaje del capilar, 3000 V; Voltaje fragmentador, 70 V; flujo y temperatura del gas de secado, 6 L/min y 150°C , respectivamente; Presión de nebulización, 4 psi; Líquido auxiliar, ácido fórmico 0.5% en agua/isopropanol (50/50 v/v) a $3 \mu\text{L}/\text{min}$. Reproducido de la ref. 58.

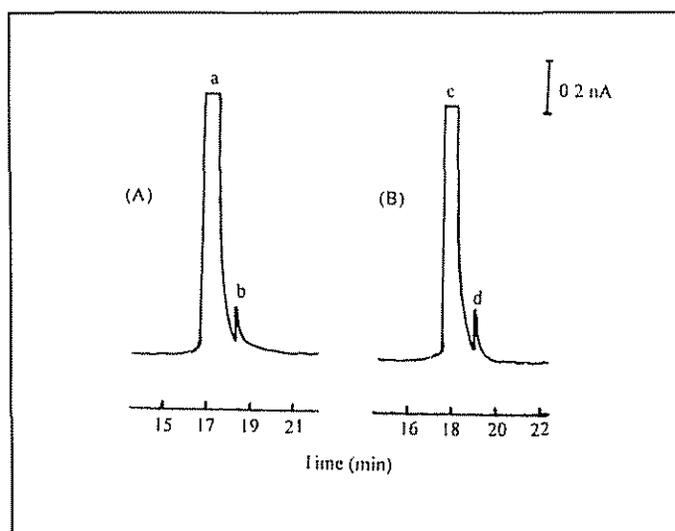


Figura 6. Electroforegramas mostrando la separación enantiomérica de lotes sintéticos de (A) 5×10^{-4} M *threo*-2-amino-1-(4-nitrofenil)-1,3-propanediol (ANP) y (B) 10^{-3} M *threo*-2-(dimetilamino)-1-(4-nitrofenil)-1,3-propanediol (DANP) conteniendo un 5 % del enantiómero L (Identificación de picos: a, D-ANP; b, L-ANP; c, D-DANP y d, L-DANP). Condiciones electroforéticas: Capilar de sílice fundida, $l_d=l_t=80$ cm con $25 \mu\text{m}$ ID; Tampón de separación, NaOH 100 mM con β -CD 12 mM; Voltaje aplicado para la separación, 20 kV; Temperatura de separación, 30°C ; Inyección a 20 kV durante 10 s. Detección amperométrica empleando un electrodo de disco de Cu de $220 \mu\text{m}$ y un potencial de trabajo de 675 mV. Reproducido de la ref. 65.

te, como sucede por ejemplo con las muestras biológicas que además de estar disponibles sólo en cantidades pequeñas suelen estar poco concentradas en el analito objeto de estudio.

El empleo de sistemas de preconcentración es una buena opción para seguir utilizando detección UV-Visible en CE. Aunque también es posible preconcentrar las muestras mediante su tratamiento fuera de línea, p. ej. realizando una extracción en fase sólida, hay una tendencia a emplear técnicas de preconcentración en el propio capilar basadas en principios electroforéticos. Esto se debe a que estos sistemas no requieren configuraciones especiales y para utilizarlos sólo es necesario tener un conocimiento adecuado de los analitos que se quieren preconcentrar, de la matriz que los contiene, y del medio de separación que permite la resolución enantiomérica para, así, elegir la técnica de preconcentración en el propio capilar más adecuada y estudiar y optimizar las variables que la afecten con el fin de obtener una buena reproducibilidad y una adecuada mejora de la sensibilidad.

En cuanto a los sistemas de detección alternativos a la detección por absorción en el UV-Visible, en el campo del análisis quiral por CE se han utilizado detectores ópticos como la detección LIF o por fosforescencia amortiguada, la detección por espectrometría de masas y la detección amperométrica. Hay que indicar que aunque la detección LIF es, hasta nuestros días, la mejor alternativa para la detección de aminoácidos quirales, es sin duda, el acoplamiento de la CE con la espectrometría de masas el que tiende a utilizarse, cada vez más, en todos los campos de aplicación de la CE y concretamente en el campo del análisis quiral. Además, la problemática asociada a la utilización de selectores quirales no volátiles, como las ciclodextrinas, cuya introducción en el espectrómetro de masas debe evitarse, ha conducido al desarrollo de selectores quirales compatibles con este tipo de detección el cual es un aspecto de gran interés en el acoplamiento de la CE a la espectrometría de masas.

Por último, hay que destacar que la combinación de detectores alternativos a la detección por absorción en el UV-Vis, cuyos mejores límites de detección alcanzados por LIF han sido de 10^{-10} a 10^{-9} M⁽³⁵⁻⁴³⁾, con técnicas de preconcentración en el capilar como la preconcentración por barrido, que han permitido aumentar la sensibilidad de detección unas 103 veces⁽²³⁾, permitiría alcanzar espectaculares límites de detección en concentración del orden de picomolar.

AGRADECIMIENTOS

M. L. Marina agradece al Ministerio de Ciencia y Tecnología por el proyecto de investigación BQU2003-03638. C. García-Ruiz agradece a este ministerio por el contrato Ramón y Cajal (RYC-2003-001).

BIBLIOGRAFÍA

- (1) B. Chankvetadze, *J. Chromatogr. A*, 792 (1997) 269-295.
- (2) B. Chankvetadze, *Trends Anal. Chem.*, 18 (1999) 485-498.
- (3) B. Chankvetadze, G. Blaschke, *J. Chromatogr. A*, 906 (2001) 309-363.
- (4) O. Nuñez, S. Sentellas, *CTA*, 23 (2002) 28-34.
- (5) C. Simó, *CTA*, 22 (2001) 39-56.
- (6) J. Hernández Borges, C. Simó, A. Cifuentes, *CTA*, 24 (2003) 45-60.
- (7) H. Kataoka, *Trends Anal. Chem.*, 22 (2003) 232-244.
- (8) S. Grard, P. Morin, J.P. Ribet, *Electrophoresis*, 23 (2002) 2399-2407.
- (9) Y.Z. Hsieh, H.Y. Huang, *J. Chromatogr. A*, 745 (1996) 217-223.
- (10) C.M. Polcaro, C. Marra, C. Desiderio, S. Fanali, *Electrophoresis*, 20 (1999) 2420-2424.
- (11) S. Kodama, A. Yamamoto, Y. Saitoh, A. Matsunaga, K. Okamura, R. Kizu, K. Hayakawa, *J. Agric. Food Chem.*, 50 (2002) 1312-1317.
- (12) S. Kodama, A. Yamamoto, T. Ohura, A. Matsunaga, T. Kanbe, *J. Agric. Food Chem.*, 51 (2003) 6128-6131.
- (13) V.A.P. Jabor, V.L. Lanchote, P.S. Bonato, *Electrophoresis*, 23 (2002) 3041-3047.
- (14) V.A.P. Jabor, V.L. Lanchote, P.L. Bonato, *Electrophoresis*, 22 (2001) 1406-1412.
- (15) V.A.P. Jabor, P.S. Bonato, *Electrophoresis*, 22 (2001) 1399-1405.
- (16) C. Desiderio, S. Rudaz, M.A. Raggi, S. Fanali, *Electrophoresis*, 20 (1999) 3432-3438.
- (17) F.K. Glowka, *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 30 (2002) 1035-1045.
- (18) S. Kodama, A. Yamamoto, A. Matsunaga, K. Okamura, R. Kizu, K. Hayakawa, *J. Sep. Sci.*, 25 (2002) 1055-1062.
- (19) C. García-Ruiz, R. Andrés, J. L. Valera, F. Laborda and M. L. Marina, *J. Sep. Sci.*, 25 (2002) 17-22.
- (20) C. Desiderio, C.M. Polcaro, P. Padiglioni, S. Fanali, *J. Chromatogr. A*, 781 (1997) 503-513.
- (21) S. Andersen, T.G. Halvorsen, S. Pedersen-Bjergaard, K.E. Rasmussen, L. Tanum, H. Refsum, *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 33 (2003) 263-273.

- (22) J.B. Kim, S. Terabe, *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 30 (2003) 1625-1643.
- (23) J.P. Quirino, S. Terabe, *Science*, 282 (1998) 465-468.
- (24) J.P. Quirino, J.-B. Kim, S. Terabe, *J. Chromatogr. A*, 965 (2002) 357-373.
- (25) M. Lanz, J. Caslavská, W. Thormann, *Electrophoresis*, 19 (1998) 1081-1091.
- (26) M. Danková, D. Kaniánsky, S. Fanali, F. Iványi, *J. Chromatogr. A*, 838 (1999) 31-43.
- (27) S. Fanali, C. Desiderio, E. Olvecka, D. Kaniánsky, M. Vojtek, A. Ferancová, *J. High Resolut. Chromatogr.*, 23 (2000) 531-538.
- (28) M.E. Hadwiger, S.R. Torchia, S. Park, M.E. Biggin, C.E. Lunte, *J. Chromatogr. B*, 681 (1996) 241-249.
- (29) S. Girard, P. Morin, J.P. Ribet, *Electrophoresis*, 23 (2002) 2399-2407.
- (30) K. Otsuka, M. Matsumura, J.-B. Kim, S. Terabe, *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 30 (2003) 1861-1867.
- (31) S. Pálmarisdóttir, L.-H. Edholm, *J. Chromatogr. A*, 693 (1995) 131-143.
- (32) S. Pálmarisdóttir, L. Mathiasson, J.A. Jonsson, L.-E. Edholm, *J. Cap. Electrophor.*, 5 (1996) 255-260.
- (33) S. Pálmarisdóttir, L. Mathiasson, J. Å. Jönsson, L.-E. Edholm, *J. Chromatogr. B*, 688 (1997) 127-134.
- (34) T.M.H. Choy, W.H. Chan, A.W.M. Lee, C.W. Huie, *Electrophoresis*, 24 (2003) 3116-3123.
- (35) T. Ueda, F. Kitamura, R. Mitchell, T. Metcalf, T. Kuwana, A. Nakamoto, *Anal. Chem.*, 63 (1991) 2979-2981.
- (36) T. Kaneta, H. Shiba, T. Imasaka, *J. Chromatogr. A*, 805 (1998) 295-300.
- (37) Y.M. Liu, S.L. Zhao, *LC GC North America*, 19 (2001) 414-420.
- (38) S.L. Zhao, Y.M. Liu, *Electrophoresis*, 22 (2001) 2769-2774.
- (39) S.L. Zhao, Y.Z. Feng, M.H. LeBlanc, Y.M. Liu, *J. Chromatogr. B*, 762 (2001) 97-101.
- (40) C. Simó, C. Barbas, A. Cifuentes, *J. Agric. Food Chem.*, 50 (2002) 5288-5293.
- (41) B. Chankvetadze, N. Burjanadze, G. Blaschke, *Electrophoresis*, 22 (2001) 3281-3285.
- (42) U.B. Soetebeer, M.O. Schierenberg, H. Schulz, P. Andresen, G. Blaschke, *J. Chromatogr. B*, 765 (2001) 3-13.
- (43) Y. Mechref, Z. El Rassi, *Anal. Chem.*, 68 (1996) 1771-1777.
- (44) C. García-Ruiz, M. Siderius, F. Ariese, C. Gooijer, *Anal. Chem.*, 76 (2004) 399-403.
- (45) R.L. Sheppard, X.C. Tong, J.Y. Cai, J.D. Henion, *Anal. Chem.*, 67 (1995) 2054-2058.
- (46) H.J. Gaus, Z.Z. Gogus, K. Schmeer, B. Behnke, K.A. Kovar, E. Bayer, *J. Chromatogr. A*, 735 (1996) 221-226.
- (47) K. Otsuka, C.J. Smith, J. Grainger, J.R. Barr, D.G. Patterson, N. Tanaka, S. Terabe, *J. Chromatogr. A*, 817 (1998) 75-81.
- (48) M.H. Lamoree, A.F.H. Sprang, U.R. Tjaden, J. vanderGreef, *J. Chromatogr. A*, 742 (1996) 235-242.
- (49) S. Fanali, C. Desiderio, G. Schulte, S. Heitmeier, D. Strickmann, B. Chankvetadze, G. Blaschke, *J. Chromatogr. A*, 800 (1998) 69-76.
- (50) W.Z. Lu, R.B. Cole, *J. Chromatogr. B*, 714 (1998) 69-75.
- (51) G. Schulte, S. Heitmeier, B. Chankvetadze, G. Blaschke, *J. Chromatogr. A*, 800 (1998) 77-82.
- (52) Y. Tanaka, Y. Kishimoto, S. Terabe, *J. Chromatogr. A*, 802 (1998) 83-88.
- (53) E.M. Javerfalk, A. Amini, D. Westerlund, P.E. Andren, *J. Mass Spectrom.*, 33 (1998) 183-186.
- (54) S. Rudaz, S. Cherkaoui, P. Dayer, S. Fanali, J.L. Veuthey, *J. Chromatogr. A*, 868 (2000) 295-303.
- (55) Y. Tanaka, K. Otsuka, S. Terabe, *J. Chromatogr. A*, 875 (2000) 323-330.
- (56) S. Girard, P. Morin, M. Dreux, J.P. Ribet, *J. Chromatogr. A*, 926 (2001) 3-10.
- (57) B. Toussaint, M. Palmer, P. Chiap, P. Hubert, J. Crommen, *Electrophoresis*, 22 (2001) 1363-1372.
- (58) S. Cherkaoui, S. Rudaz, E. Varesio, J.L. Veuthey, *Electrophoresis*, 22 (2001) 3308-3315.
- (59) S. Cherkaoui, J.L. Veuthey, *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 27 (2002) 615-626.
- (60) S.A. Shamsi, *Anal. Chem.*, 73 (2001) 5103-5108.
- (61) M. Moini, C.L. Schultz, H. Mahmood, *Anal. Chem.*, 75 (2003) 6282-6287.
- (62) R. Iio, S. Chinaka, S. Tanaka, N. Takayama, K. Hayakawa, *Analyst*, 128 (2003) 646-650.
- (63) E.K. Kindt, S. Kurzyniec, S.C. Wang, G. Kilby, D.T. Rossi, *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 31 (2003) 893-904.
- (64) Y.T. Iwata, T. Kanamori, Y. Ohmae, K. Tsujikawa, H. Inoue, T. Kishi, *Electrophoresis*, 24 (2003) 1770-1776.
- (65) X.M. Fang, F.Y. Gong, Y.Z. Fang, *Anal. Chem.*, 70 (1998) 4030-4035.
- (66) J. Kuijt, U.A. Th. Brinkman, C. Gooijer, *Anal. Chem.*, 71 (1999) 1384-1390.
- (67) J.A. Olivares, N.T. Nguyen, C.R. Yonker, R.D. Smith, *Anal. Chem.*, 59 (1987) 1230-1232.
- (68) A.A. Shamsi, *Electrophoresis*, 23 (2002) 4036-4051.
- (69) R.P. Baldwin, *Electrophoresis*, 21 (2000) 4017-4028.
- (70) A.J. Blasco, M.C. González, A. Escarpa, *CTA*, 25 (2004) 57-72.

Técnicas miniaturizadas de preparación de muestras líquidas para análisis medioambientales

Juan José Ramos, Lourdes Ramos

Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental, Instituto de Química Orgánica General, CSIC.

Juan de la Cierva 3. 28006 Madrid

INTRODUCCIÓN

Todo procedimiento analítico incluye una serie de etapas de gran importancia: muestreo, preparación de la muestra, separación de los compuestos de interés de otros interferentes presentes en el extracto, identificación, cuantificación y tratamiento de los datos. Hoy día es posible obtener una gran cantidad de información con un solo análisis gracias al empleo de técnicas de separación tan eficaces como las cromatográficas o las electroforéticas en combinación con detectores cada vez más selectivos y sensibles^[1]. Sin embargo, en muchos campos de investigación, la preparación de muestra continua siendo la etapa limitante del proceso analítico. Este hecho es especialmente cierto en el campo medioambiental, en el que la sofisticación y la capacidad de separación y detección del análisis instrumental contrasta con la lentitud y laboriosidad de los procedimientos de tratamiento de muestra convencionales que, aunque robustos y bien establecidos, suelen involucrar grandes cantidades de muestra, y de adsorbentes y disolventes de gran pureza; ejemplos típicos son la extracción líquido-líquido (LLE) y la extracción con Soxhlet^[2].

Los bajos niveles de concentración a los que los microcontaminantes deben ser identificados y/o cuantificados en buena parte de las matrices medioambientales, junto con la habitual complejidad de las mismas y la presencia simultánea de interferentes, a menudo con estructuras químicas muy similares a las de los analitos de interés, hacen necesario un tratamiento exhaustivo de la muestra previo a las etapas de separación y detección. Si el objetivo de la primera etapa en la preparación de muestras medioambientales es la extracción de los analitos de la matriz y su (posible) enriquecimiento, el carácter exhaustivo y no selectivo de la mayor parte de los tratamientos de extracción suele hacer necesario introducir alguna etapa adicional en el procedimiento analítico para eliminar el material coextraído y purificar los compuestos de interés. Todos estos tratamientos son, en general, desarrollados de manera independiente, es decir *off-line*, lo que hace que el proceso de preparación de muestra global sea largo, tedioso y con riesgo de pérdidas y/o contaminación debido a la elevada manipulación de los extrac-

tos. En los últimos años, se han realizado grandes esfuerzos para eliminar o minimizar estos problemas mediante el desarrollo de nuevas técnicas de extracción o modificando las existentes para hacerlas más rápidas, potentes y versátiles. Así se han investigado técnicas como la extracción en fase sólida (SPE) y sus posibilidades de acoplamiento *on-line*, la microextracción en fase sólida (SPME) y más recientemente la microextracción en una gota (SDME), microextracción en fase líquida (LPME), o extracción por adsorción sobre barra agitadora (SBSE). También ha habido avances importantes en el desarrollo de adsorbentes selectivos como los inmunoabsorbentes (ISPE), los polímeros de impresión molecular (MIPs) y los materiales con acceso restringido (RAM). Todas estas aproximaciones analíticas han contribuido, de una manera u otra, a reducir el tamaño de muestra necesario para llevar a cabo la determinación y, por tanto, a solventar algunos de los problemas asociados al análisis de muestras de pequeño tamaño^[3-4].

Este artículo resume los últimos avances en el campo de la preparación miniaturizada de extractos y muestras líquidas para el análisis de contaminantes orgánicos en base a ejemplos seleccionados en los que la determinación final se realiza mediante cromatografía de líquidos (LC), cromatografía de gases (GC) o electroforesis capilar (CE), en combinación con detectores convencionales. Se prestará especial atención a aquellas técnicas miniaturizadas que ya han demostrado su validez para el análisis de muestras reales. En los casos que se considere necesario, también se presentarán ejemplos de campos próximos al medioambiental, como son el biomédico y el análisis de alimentos. En todos los casos, se evaluarán las principales ventajas y limitaciones en las técnicas revisadas.

TÉCNICAS DE MICROEXTRACCIÓN CON DISOLVENTES

La miniaturización de un método analítico se puede abordar bajo dos perspectivas diferentes: mediante la reducción de las dimensiones en un procedimiento ya existente o mediante el desarrollo de equipos y/o técnicas totalmente nuevos. Ambas estrategias se han estudiado en

el caso de la LLE. En la primera de estas aproximaciones el objetivo es reducir al máximo la relación entre el disolvente orgánico y el acuoso con el fin de mejorar el factor de enriquecimiento de los analitos y eliminar (o al menos reducir) la etapa posterior de concentración de la fase orgánica. Los únicos requisitos son que el disolvente orgánico sea inmisible con el agua y que la solubilidad de los analitos en el mismo sea mucho mayor que en la disolución acuosa. La transferencia de los analitos de la muestra acuosa al extractante se puede favorecer mediante agitación y la adición de sales

Extracción líquido-líquido en vial

Cuando los volúmenes de la fase acuosa y del extractante son suficientemente pequeños, la LLE puede llevarse a cabo en un vial. Este tipo de aproximación se ha empleado, con distinto nivel de eficacia, para el enriquecimiento de bifenilos policlorados (PCBs) de muestras acuosas suplementadas¹⁵¹; para la LLE miniaturizada y semiautomática de anilinas¹⁶¹ y pesticidas, sin¹⁷¹ o con ayuda de membranas¹⁸¹ para reducir las interferencias de la matriz; y en aguas de grifo, superficiales y de desecho suplementadas. En todos estos casos se obtienen extractos con volúmenes inferiores a 1 ml listos para su análisis cromatográfico o electroforético. Sin embargo, cuando este tipo de metodología se aplicó a muestras más complejas, como los alimentos¹⁵¹, la eficacia del proceso disminuyó considerablemente y, debido a la baja selectividad del mismo, fue necesario incorporar una etapa adicional de purificación antes de la determinación instrumental para eliminar las interferencias coextraídas

En cuanto a las nuevas técnicas de micro-LLE, cabe diferenciar dos grupos. En el primero, el extractante se expone a la muestra acuosa en forma de gota (*single-drop micro-extraction*, SDME); en el segundo, en forma de película (*liquid-phase micro-extraction*, LPME).

Microextracción en una gota

En esta técnica miniaturizada la fase extractante es una microgota suspendida en el extremo de la aguja de una microjeringa e inmersa en una muestra sometida a agitación constante. En la ref.¹⁹¹ se lleva a cabo una revisión en profundidad de los principios básicos, los diferentes formatos y los aspectos teóricos de la SDME. Desde su introducción en 1996¹⁹⁰, esta técnica ha experimentado un rápido desarrollo justificado por la mejora que proporciona en el enriquecimiento de los analitos, la fácil automatización¹⁹¹ y su amplio campo de aplicación (Tabla 1). Los resultados obtenidos al analizar muestras reales demuestran el potencial de la SDME para la detec-

ción rápida de microcontaminantes^{111,161,171} y drogas¹⁹¹. Los altos factores de enriquecimiento, entre 10-100, y el hecho de proporcionar un extracto orgánico listo para su análisis instrumental sin duda han sido claves en su rápido desarrollo

Aunque los resultados experimentales sugieren que en el caso de muestras acuosas la naturaleza de la misma no afecta al proceso de enriquecimiento¹⁹¹, cuando se aborda el análisis de muestras más complejas, como por ejemplo orina, se recomienda una filtración previa de la misma¹⁹¹.

Microextracción en fase líquida

La LPME fue introducida casi al mismo tiempo que la SDME¹⁵¹. A diferencia de ésta, en la LPME el disolvente orgánico impregna los poros de una fibra hueca, a través de la cual la disolución acuosa es sucesivamente aspirada y expulsada para conseguir el enriquecimiento de los compuestos de interés. Los requisitos del disolvente empleado para la LPME son similares a los de la SDME, pero se debe tener en cuenta algunos parámetros adicionales durante la optimización del método analítico como la velocidad de aspiración de la muestra, el tiempo de extracción estática, el volumen de muestra aspirada y el número de veces que se repite el ciclo.

Esta técnica permite obtener factores de enriquecimiento superiores a los de la SDME con tiempos de extracción mucho más cortos¹²⁰¹. Un ejemplo de ello es la determinación de 1,2,3-triclorobenceno en una muestra modelo (Tabla 1, ref.¹⁵¹) en la que mediante el empleo de LPME se obtienen factores de enriquecimiento dos veces superiores a los de SDME con tiempos de extracción cinco veces inferiores. Otros estudios han demostrado la posibilidad de emplear esta técnica rápida y (virtualmente) libre de disolventes para la determinación, a concentraciones de ng/l, de clorobencenos en agua desionizada y residual¹²⁴¹; para el análisis rápido de pesticidas con LODs entre 0,1 a 0,05 µg/g en extractos de lodos¹²⁰¹; y, ya en el campo biomédico para la determinación de antidepresivos en orina y plasma^{119,221}. En estos últimos estudios, el uso de un sistema de LPME de tres fases permitía la reextracción de los analitos, que se encontraban preconcentrados en 25 µl de di-*n*-hexil éter, en 25 µl de 0,01 M de HCl inyectado en el espacio interior de la fibra hueca antes de la extracción. Así se conseguían recuperaciones del 85% para los dos enantiómeros de mianserín, que se determinaban mediante inyección directa de la fase acuosa receptora en un sistema de CE (tiempo total de análisis, 45 min). Este mismo sistema se empleó para la determinación de cinco herbicidas en una matriz tan compleja

Tabla 1. Aplicaciones de técnicas basadas en la microextracción con disolventes.

Muestra (ml)	Análito	Disolvente de extracción (µL)	Modo de extracción	Tiempo de extracción (min)	Factor de enriquecimiento	LOD ^a (µg/L)	RSD ^b	Ref.
SDME								
Disolución acuosa suplementada (1)	4-Metilacetofenona	<i>n</i> -C ₈ (8)	D	5	30	-	2	[12]
Disolución acuosa (1) suplementada (1)	4-Metilacetofenona + 4-Nitrotolueno + progesterona + malatión	<i>n</i> -C ₈ (1)	D	1	380	-	1	[13]
Disolución acuosa suplementada (5)	11 OCPs ^c	<i>n</i> -C ₆ (2)	D	5	40-100	0,25	24	[14]
Disolución acuosa suplementada (4)	1,2,3-Triclorobenceno	Tolueno (1)	E	15	12	0,1-0,3	10	[15]
Agua de grifo suplementada (5)	11 explosivos nitroaromáticos	Tolueno (1)	D	15	4100-5000	0,09-1,3	4-10	[16]
Agua de río suplementada (5)	11 OCPs	<i>n</i> -C ₆ (2)	D	5	21	0,25	12-28	[17]
Agua de mar (3)	5 compuestos nitroaromáticos+ 6 clorobencenos	Tolueno (1-5)	D	10	260-1600	(0,01-0,1) × 10 ³	4-9	[11]
Agua de mar (5)	3 antiincrustrantes	Tolueno (1.5)	D	15	11-33	(0,25-3) × 10 ³	3-12	[18]
Orina (2)	Cocaina y sus metabolitos	D	6	7-17	40	9	[19]	
LPME								
Disolución acuosa suplementada (0,06)	1,2,3-Triclorobenceno	Tolueno	D	3	27	0,1-0,05	13	[15]
Agua de río (5)	16 PAHs EPA + 12 OCPs	Tolueno	E	35	46-166	0,005-0,2	1-14	[21]
Agua de río (0,8)	PAHs	Cloroformo (5) Tolueno (3)	D E	20 20	>280 60-180	0,4-0,6 1-	6 5-9	[22]
Agua de mar (5)	2 alquilfenoles, 7 clorofenoles y bisfenol-A	Tolueno (5)	D	30	84-162	0,012-0,026	6-14	[23]
Aguas residuales (0,09)	10 clorobencenos	Isooctano (1)	D	2-3	130	0,02-0,05	4-18	[24]
Orina (1)	Drogas básicas	Di- <i>n</i> -hexil éter (20) + 0,01 M HCl (25)	D	45	60-140	-	6-7	[25]
Plasma (0,5)	Antidepresivos básicos	Di- <i>n</i> -hexil éter (25) + 0,01 M HCl (2)	D	45	20	4	9-12	[26]
Sedimento: agua (4:100) (0,16 g)	Clorobencenos + OCPs	Tolueno (3)	D	2	30-490	0,01-5	3-12	[27]

Tabla 1. (cont.) Aplicaciones de técnicas basadas en la microextracción con disolventes.

Muestra (ml)	Analito	Disolvente de extracción (µL)	Modo de extracción	Tiempo de extracción(min)	Factor de enriquecimiento	LOD ^a (µg/L)	RSD ^b	Ref.
LLLME								
Tampón acuoso suplementado, pH=13 (1.6)	Anfetaminas	<i>n</i> -C ₈ (30) + tampón fosfato sódico, pH=2.1 (1000)	E	15	160-500	-	2-3	[28]
Tampón acuoso suplementado, pH=13 (2)	7 aminas aromáticas	EtOAc ^c (150) + tampón fosfato sódico, pH=2.1 (2)	D	15.4	220-380	0,9-2	2-10	[29]
Leche de vaca +HCl 0.5 M (8)	5 fenoxiácidos	<i>n</i> -C ₈ + NaOH 0.1M (7)	E	60	260-950	0,5	4-7	[30]
SLM								
Agua de río y lago (1.2)	7 fenilureas	0.02 M tampón, fosfato sódico pH=7:ACN ^d (60:40, v/v)	1,5 ^e	17	4	0,5-0,3	2-6	[31]
Agua industrial de desecho (120)	7 derivados de anilina	Agua, pH=3.3 (200)	4 ^e	30	12-30	0,005-0,02	-	[32]
Plasma humano (0.5)	BTEX	Ciclopentano (20)	0,03 ^e	19	7-21	-	11-25	[33]
Plasma humano (0.5)	Analgésicos	<i>n</i> -C ₆ (360)	0,018 ^e	25	1,5	0,5-1	6-9	[34]
Membrane assisted LLE								
Disolución acuosa suplementada (15)	Triazinas + contaminantes apolares (OCPs, PAHs)	<i>n</i> -C ₆ (500)	E	30	3	0,01-0,10	2-13	[6]
Agua de grifo (60)	5 sulfonilurea	Cloroformo (960)	3 ^e	20	55-60	0,4	11	[35]
CFLME^f								
Disolución acuosa suplementada (80)	Bisfenol A	0.1 M tampón fosfato sódico, pH=12 (400)	0,8 ^e	40	200	-	4	[36]
Agua de grifo, mar y mineral (20)	Sulfonilurea	0.2 M tampón carbonato sódico, pH=10 (50)	0,8 ^e	10	100	0,05-0,1	7-9	[37]

^a Límites de detección

^b Desviación estandar relativa

^c Extracción dinámica

^d Pesticidas organoclorados

^e Extracción estática

^f Acetato de etilo

^g Velocidad de flujo, ml/min

^h Acetonitrilo

ⁱ Extracción con membrana líquida en continuo seguido de SLM

como la leche de vaca, siendo la acidificación y centrifugación el único pretratamiento realizado a la muestra^[30]. Mientras que la naturaleza del disolvente orgánico es un factor clave en la LPME de tres fases, las pequeñas variaciones en el grosor y longitud de la fibra no parecen afectar de forma significativa al proceso de extracción^[25]. Para obtener una mayor información sobre las distintas configuraciones de esta técnica y sus más recientes aplicaciones, se pueden consultar revisiones más especializadas^[38,39].

En comparación con la LLE en vial, la LPME tiene un campo de aplicación más limitado, sólo puede emplearse para analitos de hidrofobicidad alta o moderada, con coeficientes de reparto entre el disolvente y la muestra ($K_{org/s}$) mayores de 500. Sin embargo, para estos analitos proporciona factores de preconcentración superiores y una mejor selectividad que los que se obtienen empleando LLE (Fig 1).

Microextracción líquido-líquido-líquido

Partiendo de los principios teóricos de la LPME, se desarrolló poco después una aproximación basada en un sistema de tres fases, la denominada microextracción líquido-líquido-líquido, LLLME, que permitía el enriquecimiento y purificación simultánea de analitos polares de fases acuosas^[20]. En esta técnica, los analitos polares, una vez neutralizados, son extraídos de la muestra acuosa en unos pocos microlitros de fase orgánica, que actúa como una membrana líquida contenida en el interior de un anillo de politetrafluoretileno (PTFE) y, a continuación, son reextraídos en una microgota de fase receptora acuosa que se encuentra suspendida en la fase orgánica (Fig 2). Una vez concluida la extracción, esta microgota acuosa es aspirada e introducida en la jeringa y directamente analizada mediante LC o CE. La elevada estabilidad del sistema formado por la gota acuosa y la membrana orgánica permite utilizar velocidades de agitación superiores a las de las técnicas anteriormente citadas [9]. Además, el pequeño volumen de la fase receptora permite obtener factores de enriquecimiento más altos (entre 200-500 veces) en tiempos aún más cortos, unos 15 minutos (Tabla 1). La LLLME se ha empleado para la determinación de distintos compuestos polares^[28,29] en disoluciones patrón tamponadas con buena reproducibilidad (RSDs entre 2 y 10%) y con la ventaja de poder variar con facilidad la selectividad del proceso de extracción mediante la adición de modificadores^[29] pero, en nuestro conocimiento, no se ha empleado para el análisis de muestras reales.

Otras técnicas de extracción basadas en el uso de membranas son por ejemplo la (*supported-liquid mem-*

brane, SLM)^[33], en la que el disolvente orgánico es inmovilizado en una membrana hidrofóbica porosa o en una fibra y desde la cual los analitos son reextraídos hacia una fase acuosa receptora que se encuentra al otro lado de la membrana, y algunas más automatizadas como la LLE con membrana microporosa,^[40] y la LLE asistida con membrana.

En comparación con la técnicas mencionadas, la LLLME, al no involucrar el uso de membranas físicas, permite controlar fácilmente el espesor (y por tanto la selectividad) de la fase orgánica. Además, esta membrana orgánica líquida es reemplazada después de cada extracción, lo que elimina el riesgo de contaminación cruzada^[6,29]. Finalmente, la LLLME suele requerir menos volumen de disolvente orgánico que los procedimientos basados en el uso de membranas, es decir, en general se utilizan menos de 50 μ l frente a los más de 100 μ l de esos métodos (Tabla 1). Para una descripción más detallada de las técnicas basadas en el uso de membranas para la extracción de muestras acuosas y sus posibilidades de acoplamiento *on-line* con los sistemas cromatográficos y electroforéticos se recomienda consultar una revisión de carácter más especializado como^[41].

TÉCNICAS DE MICROEXTRACCIÓN CON SORBENTES

Muchas técnicas de preparación de muestra usadas en la actualidad para el análisis medioambiental de gases, fluidos o líquidos se basan en la retención de los compuestos objeto de estudio sobre, o en, un sorbente adecuado. La cantidad de sorbente a emplear, es decir, la capacidad de carga, dependerá de la cantidad de analito(s), del nivel de interferentes en la matriz y de la naturaleza de las interacciones entre analito(s), el interferente y el sorbente. Dependiendo de las características del sorbente, la retención del analito se produce: por adsorción (es decir, por una interacción química real entre el adsorbente y los analitos), mediante absorción (o reparto de los analitos entre el adsorbente y la muestra), por interacción iónica, y/o por un mecanismo de retención mixto. La desorción de los analitos puede tener lugar mediante elución con un pequeño volumen de un disolvente apropiado, el cual es después transferido de manera parcial o total al instrumento seleccionado para la determinación final, o mediante desorción térmica, normalmente en el inyector del instrumento analítico.

De forma general se puede decir que el primer procedimiento es capaz de romper interacciones adsorbente-analito fuertes, mientras que la desorción térmica puede

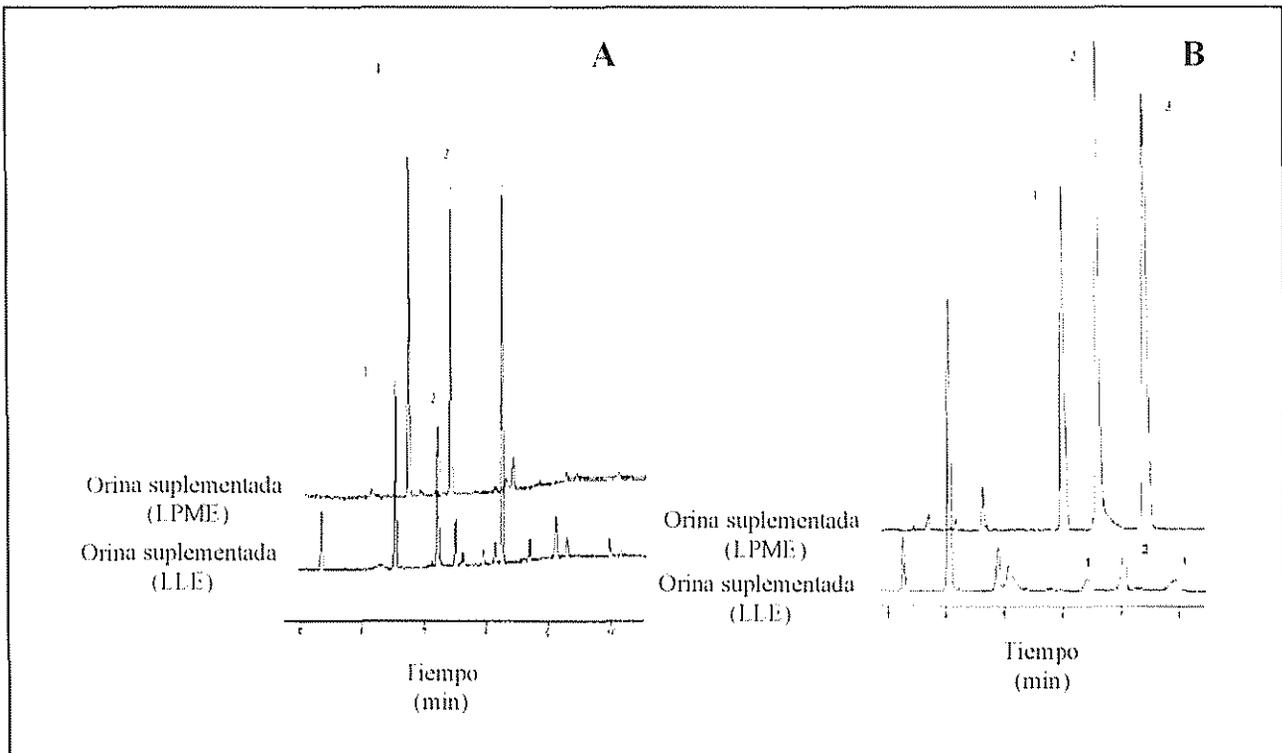


Figura 1. Comparación de (A) la LPME de dos fases (traza superior) y la LLE de dos fases (traza inferior) combinadas con GC-FID de 2.5 mg/ml de metadona (pico 1) y prometacina (pico 2), y (B) la LPME de tres fases (traza superior) y la LLE de tres fases (traza inferior) combinadas con CE-UV de 100 µg/m de prometacina (pícol 1) y metadona (pico 2) en orina humana Adaptado de [29].

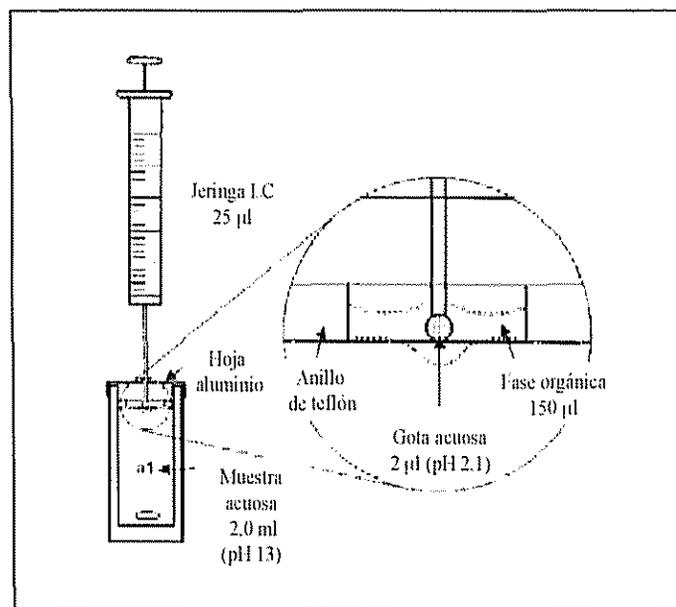


Figura 2. Esquema del sistema de microextracción para LLLME Adaptado de [29].

vencer sólo interacciones débiles del tipo van der Waals^[42]. Por supuesto, la desorción térmica, aunque tiene la ventaja de no provocar dilución de los analitos preconcentrados, es una aproximación más limitada porque no es aplicable a compuestos termolábiles.

Los sorbentes empleados con mayor frecuencia incluyen, sílices enlazadas, copolímeros hidrofóbicos de estireno-divinilbenceno y polidimetil siloxano (PDMS), Tenax, carbón activo para el atrapamiento (más o menos) selectivo de compuestos de elevada polaridad, cambiadores iónicos, materiales de tipo mixto, como cambiadores catiónicos y aniónicos mezclados con C18 para el enriquecimiento simultáneo de compuestos polares y apolares, y materiales selectivos, como los MIPs y ISPEs. Para una revisión detallada de las características más relevantes de estos y otros sorbentes y de sus formatos más comunes, se pueden consultar revisiones de carácter más específico como ^[2,42-45].

Técnicas basadas en la desorción líquida

Técnicas basadas en SPE

Hoy día, la SPE es la técnica más comúnmente empleada para la preconcentración de microcontaminantes de muestras medioambientales acuosas. Alternativas como los capilares abiertos tubulares recubiertos ^[46], la extracción dinámica en fase sólida ^[47] y los capilares de sílice fundida recubiertos con una fase estacionaria apropiada (*in-tube* SPME)^[48,49] o empaquetados con fibras sintéticas recubiertas con un polímero adecuado (*fiber-in-*

tube SPE)^[50-52], a pesar de su gran potencial, no suponen una competencia real, por ahora, debido quizás al aún limitado número de aplicaciones publicadas.

En las dos últimas décadas se han descrito un elevado número de aplicaciones en las que se emplea SPE para el aislamiento y enriquecimiento de trazas de contaminantes de aguas de grifo, superficiales, subterráneas e industriales. Las revisiones ^[53,54] y libros ^[55-57] recientemente publicados permiten concluir que el principal avance en este campo ha sido la introducción de sistemas acoplados (e incluso automáticos) de SPE-LC, en los que en un principio predominaba el uso del detector de UV diodo array (DAD UV)^[58] y hoy se observa la utilización creciente de la espectrometría de masas (MS)^[59,60] o la detección con MS/MS^[61]. Todo ello ha propiciado la reducción progresiva de los volúmenes de muestra empleados en el análisis desde 0,5-1,0 l a menos de 50-100 ml. En la actualidad, en bastantes casos, son suficientes incluso 5-10 ml para obtener límites de detección de 0,01-0,1 µg/l para los que antes se requerían volúmenes 100 veces mayores. Hay que añadir que el siguiente paso en los sistemas *on-line* ha sido reemplazar la parte de SPE-LC por una única columna corta (*single short column*, SSC), de entre 1-2 cm, en la que de forma simultánea se produce la preconcentración y separación de los analitos, lo que combinado con el uso de MS^[62] y especialmente MS/MS^[63-65] ha permitido obtener resultados como los que se muestran en la Tabla 2. Esta última aproximación ha facilitado también el estudio en tiempo real de los productos de degradación de diferentes analitos a nivel traza^[66,69,70] con tiempos de análisis en LC con frecuencia inferiores a 3 min. (Fig3).

Tabla 2. Comparación de los volúmenes de agua requeridos y LODs publicados con LC-API-MS-MS para ciertos grupos de pesticidas dependiendo del procedimiento de preparación de muestra.

Analitos	Volumen de muestra (ml)	Método de preparación de muestra	LOD (ng/l)	Ref.
Fenoxiácidos + sulfonilureas	1000	LLE	2-20	[66]
Fenoxiácidos	50	<i>on-line</i> SPE	2-50	[61]
Triacinas	50	<i>on-line</i> SPE	1-5	
Triacinas + fenilureas	1000	<i>off-line</i> SPE	0,2-8	[67]
Triacinas + fenilureas	4	SSC	10-50	[64]
Triacinas + fenilureas	1000	<i>off-line</i> LLE/SPE	2-6	[68]
Fenoxiácidos	1000	<i>off-line</i> LLE/SPE	10	

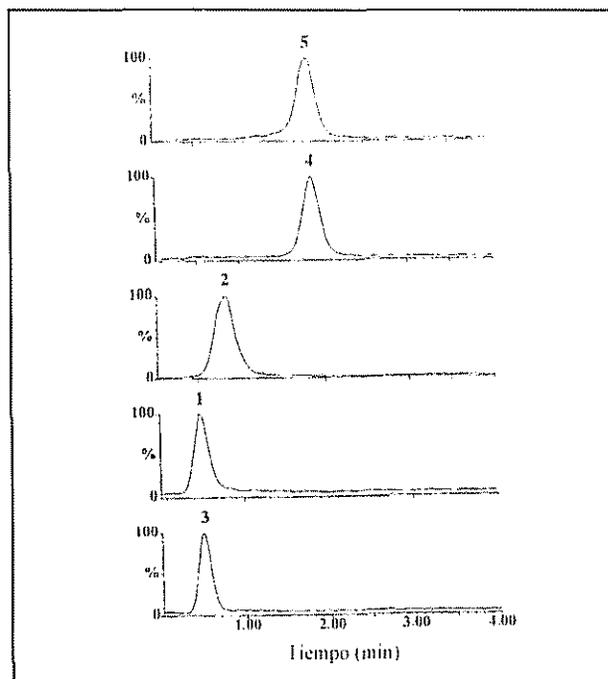


Figura 3. Análisis mediante SSC-MS-MS de atracina y tres posibles productos de degradación en 10 ml de agua del río Molser Nete (Bélgica) suplementada a 1 $\mu\text{g/l}$ y usando una columna PLRP-S de 10×2 mm i.d. Asignación de las señales: (1) desisopropilatracina, (2) desetilatracina, (3) hidroxiatracina, (4) atracina, y (5) d5-atracina. Adaptado de ^[65]

La reducción progresiva del tamaño de muestra necesario para llevar a cabo el análisis ha permitido, en ciertos casos, su introducción directa en el cromatógrafo mediante inyección de grandes volúmenes (LVI) para el caso de aguas ^[64] o de extractos acuosos de frutas y verduras ^[71]. En la primera de estas aplicaciones, 4 ml fueron suficientes para conseguir LODs de 0,01-0,1 $\mu\text{g/l}$. En la segunda, bastó un volumen reducido del extracto orgánico (3 ml) para obtener LODs de 0,5-2 $\mu\text{g/kg}$ para ciertos pesticidas, si bien, de nuevo, fue necesario emplear MS/MS para asegurar la alta selectividad y sensibilidad requerida en este estudio.

En análisis con GC se han producido desarrollos similares. Probablemente en este área el mayor estímulo haya sido la rápida difusión del uso de LVI-GC, que ha permitido sustituir las inyecciones tradicionales de 0,5-1 μl por 20-100 μl o incluso 400 μl ^[72]. Por supuesto, el éxito de esta aproximación depende también de la naturaleza y concentración de los interferentes presentes en la muestra, pero se puede afirmar que ha permitido reducciones de hasta diez veces en el tamaño de muestra de partida en muchos de los casos ^[54].

Si bien la LVI-GC implica forzosamente un pretratamiento de las muestras sólidas para obtener un extracto orgánico y, en el caso de las muestras acuosas, el uso combinado de SPE *off-line*, también se ha estudiado en detalle las posibilidades del acoplamiento *on-line* SPE-GC. Diferentes estudios han demostrado que usando estos sistemas y cartuchos de SPE de tan solo 10 mm \times 1 mm i.d., 10 ml de agua bastarían para alcanzar LODs de 20-30 ng/l con MS en modo scan para una amplia variedad de microcontaminantes ^[73]. Los mejores resultados conseguidos con los sistemas basados en GC en comparación con los de LC se deben principalmente a la mayor sensibilidad del GC-MS. Así, al utilizar GC-MS/MS en lugar de GC-MS, se alcanzaron LODs para diferentes pesticidas en aguas superficiales de 0,01-4 ng/l con 10 ml de muestra ^[74], o de 0,2 $\mu\text{g/l}$ para volúmenes de muestra de 0,1 ml ^[75]. Para una mejor comprensión de los diferentes problemas que pueden surgir al intentar acoplar en línea las distintas partes de un sistema *on-line*, así como el gran efecto que una inadecuada compatibilización entre ellas puede llegar a tener sobre la sensibilidad del método, se puede consultar un detallado estudio basado en el uso de una PrepStation ^[76]. Para profundizar en las características y aplicaciones más habituales de estos sistemas, incluyendo el uso de detectores como el de emisión atómica, AED/MS, ^[77] y la espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier, FT-IR ^[78], se pueden consultar revisiones como ^[54, 79].

Los cartuchos de SPE (o incluso la LVI directa, es decir, la inyección de 20 μl) se han combinado con éxito también con micro-LC acoplada *on-line* con detectores selectivos como el fotométrico de llama ($\mu\text{LC-FPD}$) para la determinación, a niveles inferiores al $\mu\text{g/ml}$, de los productos polares de degradación procedentes de armas químicas en muestras de aguas ^[80].

En cuanto a otros formatos de SPE, los denominados Empore disks (discos de 2-3 mm diámetro \times 0,5 mm de grosor cortados a partir de otros de mayor tamaño) han demostrado en diferentes estudios ser una atractiva alternativa a los cartuchos convencionales, tanto para sistemas de SPE-LC ^[81] como de SPE-GC ^[82]. En una aproximación parecida, se emplearon discos de resina (0,7 mm de diámetro) montados en el interior de la aguja de una jeringa Hamilton de 50 μl desmontable para la preconcentración miniaturizada y automática de derivados sustituidos de benceno utilizando volúmenes de agua de sólo 2,5 ml (recuperaciones superiores al 90 % a un nivel de 10 ng/ml usando 5 μl de acetonitrilo para la desorción). Los extractos se analizaron mediante inyección directa en un GC-FID ^[83]. Por otro lado, formatos como los 96-pocillos sólo se han empleado en contadas ocasiones en estu-

dios medioambientales, a pesar del aumento en la capacidad de procesado y de los bajos límites que se pueden conseguir al combinarlos con sistemas de separación-detección apropiados como se ha demostrado, por ejemplo, en el caso de la determinación de aloclor a niveles traza en aguas y vegetales, con LOD de 0,4 µg/l utilizando GC-MS para la determinación final [84].

La alta eficacia de separación de la CE y su idoneidad para separar analitos ionizables e iónicos deberían hacer de ésta una interesante, y miniaturizada, técnica alternativa de separación para análisis medioambientales. Sin embargo, cuando se utiliza combinada con un detector UV, la baja sensibilidad relativa (en unidades de concentración), debida principalmente al pequeño volumen de inyección (en general, 1-10 nl) y a la corta longitud del paso óptico (unos 50-70 µm), limita a menudo su uso en estudios a niveles traza [85,86]. Se podría decir que, en esta técnica, la forzada miniaturización en la etapa de detección es tan grande que impide el desarrollo de métodos analíticos verdaderamente útiles en el campo medioambiental. Existen, sin embargo, dos posibles estrategias para superar este problema: preconcentrar la muestra o emplear un detector más sensible y/o selectivo. En cuanto a la primera opción, se han evaluado técnicas basadas tanto en electroforesis [80,87,88] como en cromatografía (es decir, en el uso de sorbentes), siendo las últimas las que han proporcionado mayores factores de enriquecimiento (entre 2 y 4 órdenes de magnitud) [86], además de evitar el indeseable efecto matriz [89], por lo que son preferibles para aplicaciones medioambientales. Este enriquecimiento cromatográfico puede realizarse *off-line* [80], *on-line* [90] o *in-line* [91,92]. Por citar un ejemplo, en lugar del enriquecimiento con SPE *off-line*, que implica una mayor manipulación de la muestra, tiempos más largos de análisis y, en cierto modo, una menor eficacia del proceso de concentración al ser inyectada normalmente menos de un 1% de la muestra preconcentrada en el CE capilar, Cai y El Rassi [91] emplearon un sistema de SPE-CE acoplado *in-line* formado por un tubo capilar abierto recubierto con sílice enlazada a C18 y acoplado al equipo CE capilar. Este sistema permitía el enriquecimiento y posterior análisis de las triazinas de una muestra de 100-200 nl de agua, pero el volumen "relativamente" grande de disolvente de extracción transferido al sistema CE provocaba un importante ensanchamiento de los picos por sobrecarga, con el consiguiente problema para la determinación en muestras muy diluidas. El elevado LOD, 0,1 µg/ml con detector UV, y la facilidad con la que se podía contaminar el capilar abierto con compuestos no solubles de la muestra, aún cuando se incluía un lento proceso de lavado, eran limitaciones adicionales asociadas a este método. Problemas parecidos se detectan también en otros muchos estudios basados en el

uso de CE [93,94]. A pesar de ello, recientemente se ha demostrado que intercalando una válvula de microinyección entre la etapa cromatográfica, es decir, la de preconcentración, y el sistema de CE [85], se conseguía un método adecuado para el enriquecimiento de una mezcla de patrones de péptidos de encefalina con independencia del sistema de CE, lo que permitía emplear velocidades relativamente altas de concentración/elución (50 y 3 µl/min, respectivamente), evitando que la matriz de la muestra y los disolventes de lavado entraran en el capilar de CE y permitiendo la inyección *in-line* de la fracción de elución seleccionada (426 nl) sin excesivo ensanchamiento de la banda. Los sistemas *on-line* permiten también evitar algunos de estos problemas ya que sólo una pequeña fracción (seleccionada) del extracto se introduce en el equipo de CE [95]. Con respecto a la pre-separación y/o purificación de la muestra, un procedimiento alternativo ha sido incluir una etapa *on-line* de diálisis para eliminar los compuestos de alto peso molecular y/o partículas. Esta aproximación mejora los LODs con CE en 2 ó 3 órdenes de magnitud [86]. Sin embargo, es necesario apuntar que, si bien esta estrategia ha sido empleada con éxito para la determinación de drogas en fluidos corporales (muestras de 1 ml y LODs de 0,05-1,0 µg/ml con detector UV) [96], hasta la fecha son aún muy escasas las aplicaciones medioambientales descritas [41].

A pesar de los satisfactorios LODs conseguidos con algunos de los procedimientos de preconcentración anteriores, en la mayoría de los casos la sensibilidad aún no es suficiente para permitir el análisis de buena parte de las muestras reales, por tener éstas niveles de concentración de los contaminantes en general inferiores a 1 mg/l. Para este tipo de aplicaciones, se hace imprescindible por tanto el uso de sistemas de detección más sofisticados (y caros) como la fluorescencia inducida por láser (LIF) y la MS. Por ejemplo, se han publicado, para muestras de agua de río, LODs de 0,4-10 µg/l para naftalenos sulfonados con CE-LIF, después de haber conseguido un factor de enriquecimiento de unas 30 veces con una etapa de SPE *off-line* [97], lo que demuestra que este método puede ser una opción interesante para solucionar algunos de los problemas analíticos todavía existentes en el análisis de compuestos trazas para analitos con fluorescencia nativa [98]. Como se demuestra en distintas revisiones sobre el tema [99,102], en los últimos años se ha incrementado el uso del detector de MS para la determinación de compuestos orgánicos de bajo peso molecular, que no pueden ser fácilmente detectados con otras técnicas por carecer de grupos cromóforos o fluorescentes. De nuevo, son muchos los artículos en los que se utilizan sólo disoluciones patrón para evaluar el comportamiento de una configuración instrumental determinada [93,94,103,104]. A pesar de

ello, la viabilidad del acoplamiento CE-MS ha quedado fehacientemente demostrada, por ejemplo, para la determinación simultánea de dos grupos importantes de contaminantes medioambientales, los herbicidas ácidos clorados y los fenoles, en agua de grifo sin pretratamiento de la muestra, excepto el ajuste del pH, y sin usar ninguna estrategia de preconcentración en el capilar^[105]. Las recuperaciones de los dieciséis compuestos investigados en este trabajo oscilaron entre 91 y 124% (nivel de suplementación, 5 µg/l) y, aunque no se realizó preconcentración ni derivatización, los LODs estuvieron entre 8-32 µg/l para la mayoría de los analitos, lo que puede ser considerado como un intervalo válido para ciertos tipos de muestras medioambientales. Sin embargo, en otras aplicaciones la etapa de preconcentración se hace obligatoria, no sólo como vía para disminuir los LODs, como en la determinación de imazamox en muestras de aguas naturales preconcentradas en un cartucho de SPE (LOD, 20 ng/L)^[106], sino para realizar de forma simultánea la purificación del extracto, un aspecto de particular relevancia cuando se analizan matrices más complejas^[89].

Finalmente apuntar que el diseño de la fibra de SPME convierte a esta técnica en una alternativa ventajosa, en comparación con otras estrategias de preconcentración, cuando se combina con sistemas miniaturizados de separación como la CE, como demostraron Rodríguez y col^[107] para el caso de ciertos pesticidas ácidos previamente extraídos de naranjas mediante ultrasonidos. Una vez sometidos a SPME, los analitos eran desorbidos de la fibra mediante sonicación durante 15-min en 100 ml de metanol y analizados mediante CE-ESI-MS o CE-UV. Las recuperaciones se situaron en el intervalo 7-94%, pero las satisfactorias RSDs (3-13) y, por el pequeño volumen de desorción, los bajos LODs (0,02-5 mg/kg), junto con la limpieza de la línea base, muestran el potencial de este método para la concentración y purificación simultánea de matrices complejas de alimentos para su análisis mediante CE.

Adsorbentes especiales

Una alternativa a las membranas semipermeables y a los absorbentes hidrofóbicos mencionados anteriormente para la eliminación de las macromoléculas de la matriz, que además permite una importante simplificación del proceso analítico, es el uso de adsorbentes selectivos para un compuesto o grupo de compuestos. Entre estos adsorbentes, los que proporcionan probablemente una mayor selectividad son los RAMs, los ISPEs y los MIPs.

Los RAMs están diseñados para permitir el enriquecimiento selectivo de compuestos de bajo peso molecular,

mientras evitan la retención de macromoléculas gracias a una barrera de difusión física (es decir, mediante poros de pequeño tamaño, como en el caso de los absorbentes con superficie interna de fase reversa, *internal surface reversed-phase sorbent*, ISRP), o mediante una barrera de difusión química formada por la red de un polímero que recubre la superficie externa de las partículas^[42]. Por sus características, las columnas RAM se emplearon en sus inicios para la determinación rápida y *on-line* de drogas en fluidos biológicos, utilizando pequeños volúmenes, de 5 a 500 µl, y sin tratamiento previo^[108,109]. Sin embargo, en los últimos años, algunos autores han demostrado el potencial de estos adsorbentes también en el campo medioambiental. A modo de ejemplo, Parrilla y col.^[110] usaron un sorbente de tipo ISPR, el GFF II, para el enriquecimiento selectivo de trazas de mecoprop de un extracto limpio de suelo obtenido *off-line* (5 ml, que equivalían a 4 g de suelo), y la posterior transferencia *on-line* de la fracción que contenía los analitos de la precolumna RAM a la columna analítica de LC. Se obtuvo un LOD de 10 µg/kg sin ningún paso adicional de purificación y se empleando un detector UV.

Los ISPEs son adsorbentes extremadamente selectivos para un analito específico (o una familia de compuestos de estructura similar) gracias a su mecanismo de reconocimiento basado en la interacción antígeno-anticuerpo (analito). La posibilidad de emplear ISPEs para el desarrollo de métodos selectivos de pretratamiento de muestras acuosas ha sido discutida en varias revisiones recientes^[44,111] y demostrada mediante cromatogramas tan ilustrativos como el que se muestra en la Fig. 4 correspondiente al análisis de herbicidas. Sin embargo, el desarrollo de un ISPEs es un proceso tedioso y de elevado coste, lo que ha contribuido al mayor desarrollo de los polímeros de impresión molecular (MIPs)^[44,113-116].

Los MIPs son materiales poliméricos sintéticos con cavidades específicamente diseñadas a modo de plantilla molecular^[116]. Al igual que en los ISPEs, el mecanismo de retención de los MIPs está basado en el reconocimiento molecular. Sin embargo, los MIPs presentan una mayor estabilidad a temperaturas elevadas, pH extremos y frente a disolventes orgánicos; además, son reutilizables y relativamente fáciles de preparar y almacenar en comparación con los ISs. Por otra parte, los MIPs muestran una selectividad mayor cuando las muestras están disueltas en el disolvente orgánico utilizado para su preparación^[117,118]. Esto ha hecho que hayan sido utilizados sobre todo para la purificación de extractos orgánicos obtenidos de tratamientos previos de la muestra, pero con mucha menos frecuencia en el tratamiento directo de muestras acuosas^[116,119-121].

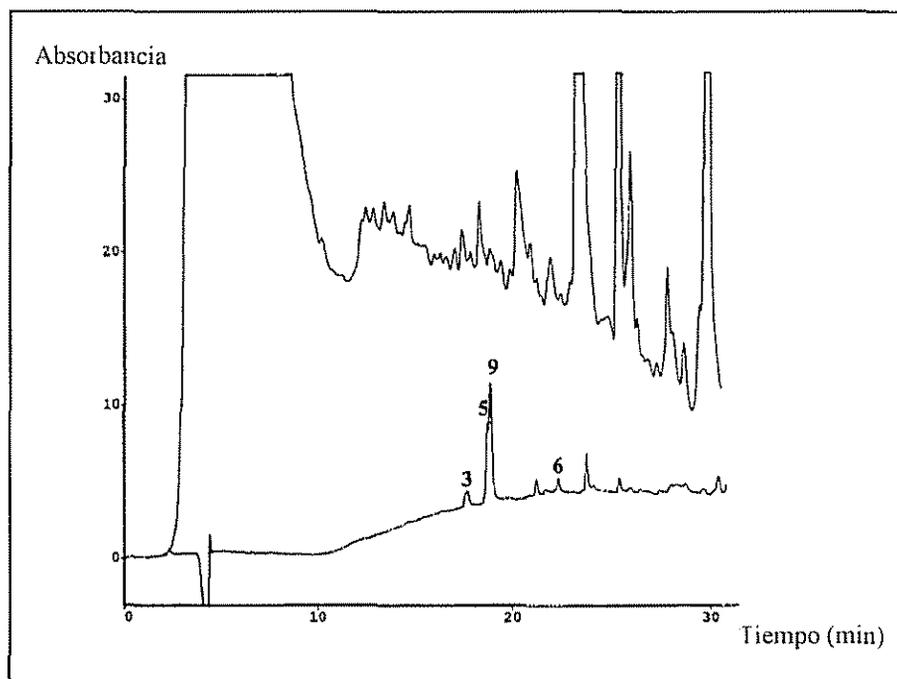


Figura 4. Comparación de los cromatogramas de LC-UV DAD (λ , 244 nm) obtenidos después de la preconcentración *on-line* de 5 ml de agua del río Seine en una precolumna no selectiva de C18 (cromatograma superior) y en un inmunosorbente selectivo antifenilurea (cromatograma inferior). Asignación de señales: (3) clortolurón, (5) isoproturón, (6) linurón y (9) diurón. Adaptado de ^[123].

Por su elevada selectividad, los ISPEs y los MIPs suelen ser empaquetados en cartuchos o columnas de pequeñas dimensiones, que son empleadas en la preconcentración y purificación *off-line* de muestra de grandes volúmenes sin que se sobrepase el volumen de ruptura de los analitos ^[122]. Los estudios relacionados con aplicaciones miniaturizadas y, especialmente, acopladas son aún escasos en la bibliografía, aunque estos métodos podrían contribuir, como es obvio, a reducir la cantidad de adsorbente necesario para la preconcentración, algo de especial interés en el caso de los ISPEs debido a su elevado coste. Como ejemplo se puede mencionar que 9,2 mg de un anticuerpo sintetizado e inmovilizado en 1 g de sílice epoxi y empaquetado en una columna de LC de 50 x 2,1 mm basta para la preconcentración y purificación miniaturizada de los congéneres más planos de PCBs y dibenzodioxinas policloradas y furanos (suplementadas a 1 pg/ μ l y 0,4 pg/ μ l, respectivamente) de muestras acuosas de tan sólo 2 ml ^[123]. El tratamiento posterior de los extractos sólo incluye su secado y concentración antes de su análisis final con GC-MS. Diferentes estudios han demostrado las ventajas de estos adsorbentes para *on-line* ISPE-LC ^[124], μ -LC ^[125] y GC ^[125]. En el último caso, sin embargo, no es posible

realizar la transferencia directa de la mezcla acuosa utilizada en la desorción de los analitos preconcentrados en el ISPE al sistema de GC, por lo que es necesario intercalar una precolumna de fase reversa en el sistema para que actúe como interfase. Este tipo de montaje se ha empleado con éxito para la determinación de triazinas en aguas de río e industriales y en zumo de naranja utilizando una precolumna de 10 mm x 3 mm i.d. empaquetada con anticuerpos y acoplada a un cartucho de SPE de PLRP-S de 10 mm x 2 mm i.d. Con este sistema se consiguen, para un volumen de agua de 10 ml, LODs de 15-25 ng/L con un detector FID y de unos 1,5 ng/l con detector NPD ^[125].

Técnicas basadas en la desorción térmica

Microextracción en fibra capilar

Desde su introducción en 1990 ^[126] como una técnica sin disolventes que permitía la preconcentración de los analitos mediante la simple exposición de una fibra de sílice fundida, recubierta con una capa de un sorbente adecuado, a muestras gaseosas o líquidas durante un tiempo determinado, y la posterior desorción de los anali-

tos por calentamiento de la fibra expuesta en el inyector de un GC, el número de aplicaciones de la SPME ha crecido enormemente. Los aspectos teóricos y prácticos de las diferentes estrategias analíticas y configuraciones posibles, incluido el acoplamiento con GC y LC y su automatización completa, han sido discutidas en distintos libros¹¹²⁷⁻¹¹²⁸ y revisiones recientes¹¹²⁹.

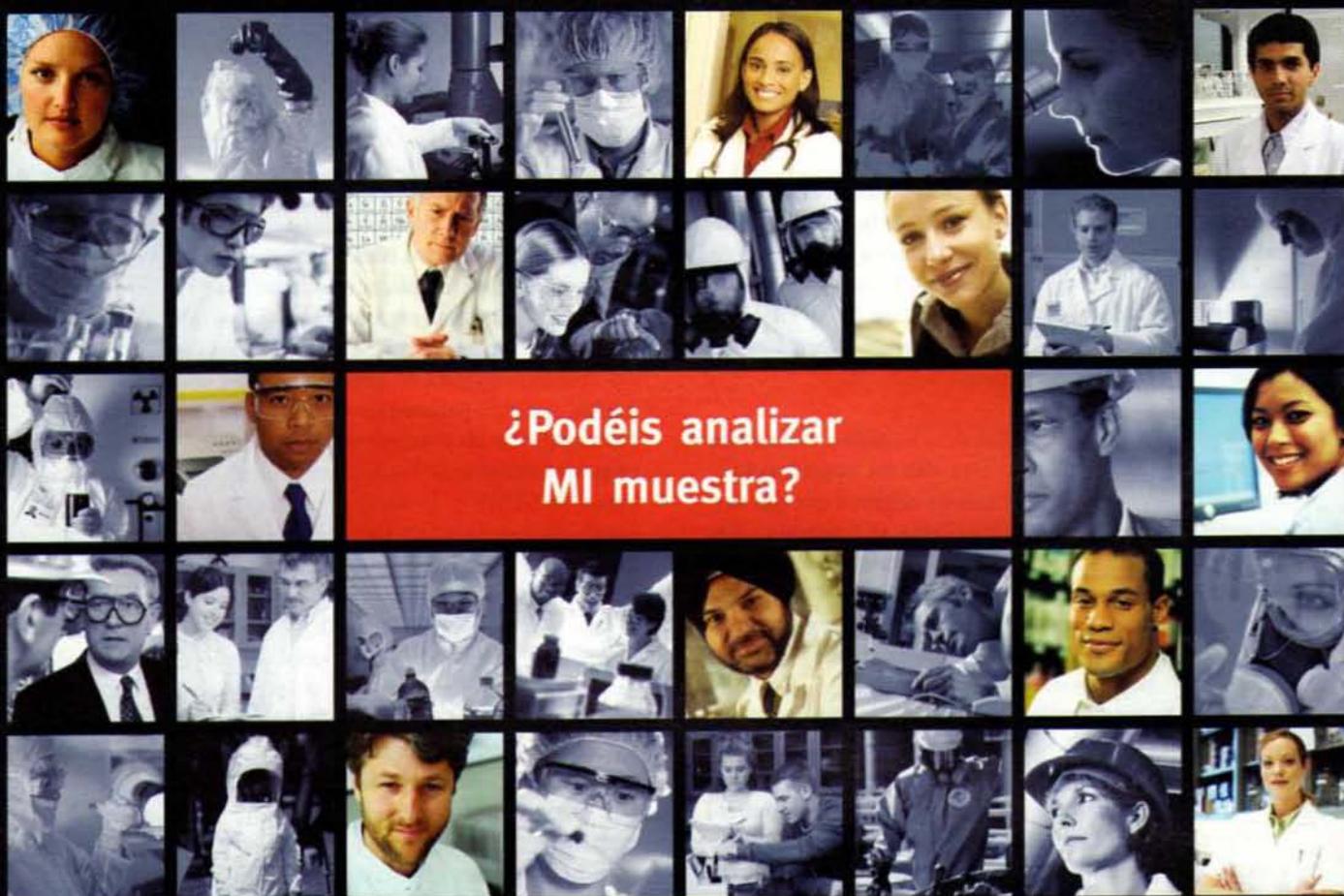
El aumento en la variedad de los recubrimientos de las fibras comercializadas hoy día ha contribuido a ampliar el intervalo y las clases de analitos que pueden ser analizados con esta técnica (Tabla 3). Las fibras disponibles incluyen la apolar PDMS, la semipolar polidimetil siloxano-divinilbenceno (PDMS-DVB), la polar poliácido (PA), fases líquidas como la Carbowax-divinilbenceno (CW-DVB), la fase de partículas porosas recubiertas polidimetil siloxano-Carboxen (PDMS-Carboxen), la poli (3-metiltiofeno), la Nafion y, de forma menos frecuente, los MIPs¹¹³⁰ y los metales anodizados¹¹³¹. En un experimento (de laboratorio) típico con SPME, la fibra es expuesta al espacio de cabeza, o sumergida en una cantidad relativamente pequeña de un líquido o extracto de la muestra (en general, menos de 5 ml). La transferencia de los analitos a la fase estacionaria tiene lugar hasta que su reparto entre la muestra y la fibra alcanza las condiciones de equilibrio, lo que normalmente requiere entre 2 y 60 min, correspondiendo los valores más altos a los analitos de elevado peso molecular. Este proceso de reparto se puede favorecer mediante la adición de sales, la agitación de la muestra y/o su calentamiento; en esa técnica el efecto matriz se puede evitar mediante la utilización del método de adición estándar para la cuantificación o, de forma menos frecuente, utilizando membranas para impedir la adsorción de componentes de la matriz en la fibra¹¹⁴³. La SPME permite obtener LODs por debajo del ng/l tanto para compuestos volátiles¹¹³⁶ como para semivolátiles^{1135,139} si se emplea en combinación con detectores selectivos como SIM-MS o AED¹¹³⁸. El aumento del grosor de las fibras, por lo general entre 7 y 100 μm , redundan en un incremento de la sensibilidad al aumentar la capacidad de carga, pero también aumenta los tiempos de equilibrio y, en ocasiones, dificulta la posterior desorción completa de los analitos. Las estrategias analíticas que implican la derivatización de los analitos en la fase acuosa combinadas con SPME han ampliado el campo de aplicación de esta técnica a sustancias muy polares¹¹³³ o iónicas^{1132,141}. A pesar de los conocidos problemas asociados a este tipo de procedimientos analíticos, en especial cuando se pretende determinar analitos a muy baja concentración, se ha conseguido alcanzar LODs del orden de ng/l cuando se emplean un detector selectivo, incluso con cantidades tan pequeñas como 0,1 g de una matriz tan compleja como un extracto

de pescado¹¹⁴⁴. Las aplicaciones que involucran SPME con derivatización en la fibra, es decir, en las que la conversión de los analitos tiene lugar después de la extracción y mediante la aplicación de un reactivo en forma gaseosa, son todavía escasas en la bibliografía. Además, las relativamente altas RSDs publicadas (por ejemplo, 10-35% para agentes de guerra química a niveles de 1-20 mg/ml, n=6¹¹⁴¹) parecen ser un indicativo de la dificultad para controlar las condiciones experimentales. Una descripción completa de las distintas metodologías que combinan la SPME y la derivatización de los analitos se puede encontrar en¹¹⁴⁵. De forma general se puede decir que, mientras los análisis de muestras acuosas se pueden llevar a cabo sin (o con poco) pretratamiento (Tabla 3), en el caso de matrices más complejas (o sólidas), la SPME de los analitos de interés sólo puede ser abordado una vez que éstos han sido separados de los principales componentes de la matriz^{1139,144,146,147}. Además, las condiciones de extracción menos favorables obligan a emplear tiempos de extracción mucho más largos, dando lugar a extracciones incompletas (con el consiguiente problema en la etapa de cuantificación) y a LODs más altos incluso usando detectores selectivos. En cualquier caso, es preciso mencionar que muchas de las metodologías de SPME no son excesivamente rápidas, debido a los largos tiempos requeridos para completar la etapa de adsorción en la fibra.

El pequeño tamaño de la aguja de la fibra es aprovechada en la SPME no-exhaustiva (*non-depletive* SPME, nd-SPME), en la que sólo una pequeña fracción del analito es extraída, y por tanto, no se modifica de forma significativa su concentración en la muestra. Esta técnica se ha utilizado para la determinación de PAHs disueltos en el agua intersticial del suelo con gran precisión (RDS < 8%) mediante GC-MS¹¹⁴⁸. El diseño miniaturizado de la fibra ha sido también el factor clave para el análisis tanto de la cantidad libre como la cantidad interna total de clorfeninfos en insectos de pequeño tamaño (*Trybliograppa rapae* de menos de 3 mm de largo) tras exposiciones tanto de laboratorio como de campo, y que eran extraídos con sólo 200 μl del disolvente seleccionado¹³¹. Los LODs resultaron ser diez veces inferiores a los proporcionados por métodos basados en extracción con disolventes, es decir, inferiores a 0,5 ng después de 45 min de extracción con SPME seguida de desorción térmica y análisis con GC-ECD.

Extracción por absorción sobre barra agitadora

La principal limitación de la SPME, la relativamente pequeña cantidad de fase estacionaria inmovilizada en la fibra, ha propiciado el desarrollo de una nueva técnica de



**¿Podéis analizar
MI muestra?**

Análisis Elemental

Cromatografía

Espectrometría de Masas

Espectroscopía Molecular

Microanálisis

Desde equipos para preparación de muestra a instrumentación analítica e informática y servicios. Thermo es tu aliado para abordar los retos a los que te enfrentas a diario.

Ofrecemos espectrómetros FT-IR Nicolet™, espectrofotómetros UV-Vis, sistemas ICP-MS, sistemas GC/MS, sistemas LC/MS Finnigan™, columnas de HPLC, Finnpipettes, LIMS y mucho más, proporcionamos innovaciones para que obtengas lo mejor de tu trabajo.

Thermo Electron, S.L.

Madrid: Sepúlveda, 7 A - 28108 Alcobendas - Tel. 916 574 930 - Fax 916 574 937
 Barcelona: Acero, 30-32, Plta. 2 Mód 3 - 08038 Barcelona - Tel. 932 230 918 - Fax 932 230 982
www.thermo.com - analyze.es@thermo.com

Visita el espacio Thermo en Expoquimia 2005, Pabellón 2, Stand 820

All trademarks are the property of Thermo Electron Corporation and its subsidiaries.
 © 2005 Thermo Electron Corporation. All rights reserved.

Analyze • Detect • Measure • Control™

Thermo
 ELECTRON CORPORATION

H-SRM

SRM

¿Todavía pierdes información?

Alcanza niveles más bajos en bioanálisis cuantitativo utilizando H-SRM,
disponible solamente en los sistemas de Espectrometría de Masas
de Triple Cuadrupolo de Thermo

Sin la capacidad exclusiva de los triples cuadrupolos Finnigan™ TSQ Quantum™ para realizar, con alta resolución, Monitorización de Reacciones de Iones (H-SRM), no tendrás todos los recursos que necesitas para analizar muestras biológicas complejas.

Gracias al diseño de cuadrupolo hiperbólico patentado por Thermo para H-SRM los cuadrupolos HyperQuad™ ofrecen mayor rendimiento de transmisión de iones y prestaciones superiores reduciendo también el tiempo de preparación de las muestras.

Además nuestro triple cuadrupolo más asequible Finnigan Discovery MAX™ ofrece la fuente de iones ultra robusta Ion MAX™ de máxima productividad. Localiza tu destino final en www.thermo.com/ms o contacta con nosotros para más información.

Thermo Electron, S.L.

Madrid: Sepúlveda, 7 A - 28108 Alcobendas - Tel. 916 574 930 - Fax 916 615 572
Barcelona: Acero, 30-32, Plta. 2 Mód 3 - 08038 Barcelona - Tel. 932 230 918 - Fax 932 230 982
www.thermo.com · analyze.es@thermo.com

Visita el espacio Thermo en Expoquímica 2005, Pabellón 2, Stand 820

Analyze • Detect • Measure • Control™

Thermo
ELECTRON CORPORATION



Tabla 3. Diferentes estrategias analíticas y aplicaciones de la SPME -

Muestra (mL/mg)	Análito	Fibra SPME (grosor: μm)	Pretratamiento de la muestra	LOD (ng/g o ng/ml)	Sistema de detección	Tiempo (min)	Ref
Espacio de cabeza							
Agua purificada (22)	Pb ²⁺ Pb(CH ₃) ⁺ Pb(C ₂ H ₃) ₂ ⁺ , Pb(C ₂ H ₅) ₂	PDMS (100)	Ajuste de pH + derivatización	0.08-0.13	SIM-MS	10	[132]
Agua de grifo y piscina (10)	Ácidos haloacéticos	PDMS-Carboxen (75)	Derivatización + ajuste de la fuerza iónica	0.01-0.5	ITD	35	[133]
Agua de río (20)	PCBs	PDMS (100)	MAE	0.0003-0.001	ECD	60	[134]
Aguas industrial (10)	PCBs	PDMS (100)	-	0.0003-0.001	SIM-MS	30	[135]
Orina (2)	BTEX	PDMS (100)	-	0.01-0.03	SIM-MS	30	[136]
Mezcla planta:agua (1:3) (5000)	OPP ^a	PDMS (100)	Homogenización	5-80	FPD	90	[137]
Aceite de desecho (0.5)	PCBs	PDMS-DVB (65)	Digestión ácida + L.L.E+ dilución con agua	4	SIM-MS	10	[138]
Inmersión directa							
Agua superficial (3)	Herbicidas	CW-DVB (65)	-	1	SIM-MS	30	[139]
Agua industrial (5-3)	Contaminantes orgánicos industriales	PA (85)	Ajuste de pH	-	FID	30	[140]
Orina (1)	Especies de arsénico metiladas	PDMS (100)	Ajuste de pH + derivatización	0.1-0.3	MS	40	[141]
Fruta y zumo de fruta (3)	OPP ^a	PDMS (100)	Mezcla suelo:agua (1:100)	0.4-2	FPD	20	[142]

^a Acrónimos como en Tabla 1
^b Pesticidas organofosforados

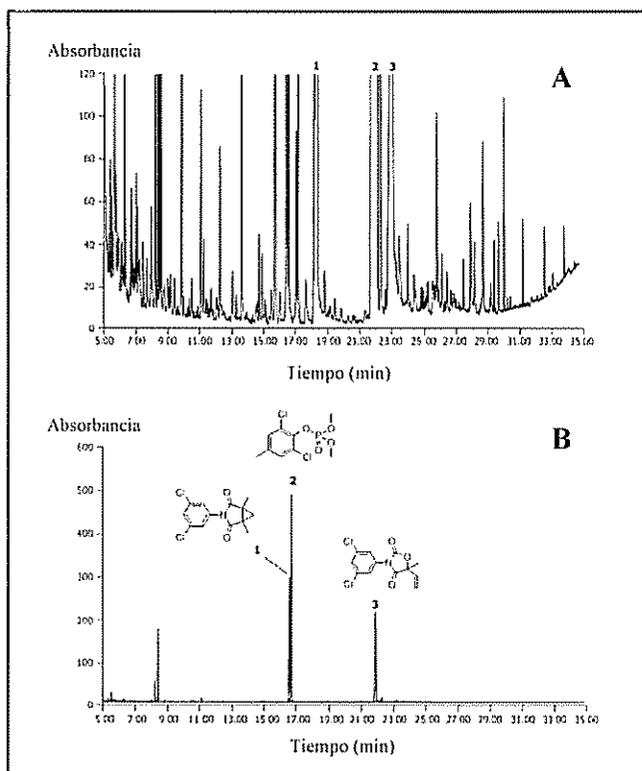


Figura 5. Análisis de un extracto de lechuga mediante SBSE-TD-GC-MS: (A) cromatograma adquirido en modo scan y (B) fragmentogramas reconstruidos de los iones de *m/z* 212, 265 y 283. Asignación de señales: (1) vinclozolina, (2) tolclofos-metil, y (3) procimidona. Adaptado de [159].

extracción miniaturizada, la extracción mediante barra agitadora, SBSE [149], comercializada con el nombre de Twister. En la SBSE un agitador magnético recubierto con 55 ó 219 μ l de PDMS (para agitadores de 10 ó 40 mm, respectivamente) se hace girar en la muestra acuosa objeto de estudio durante un tiempo de extracción seleccionado, en general, más bien largo. Como alternativa, el agitador magnético también se puede insertar en el interior de un tubo corto de PDMS. Como el área superficial de la barra agitadora es más grande que la de la fibra de SPME y el volumen de adsorbente es al menos 100 veces mayor, existe una mayor proporción de fase que en la SPME y, por lo tanto, se consigue una mayor eficacia de extracción, lo que redundará en una disminución de los LODs. Una vez concluida la extracción, la barra agitadora se saca de la disolución, en general de forma manual, y se transfiere al inyector de un GC para su desorción térmica ¹⁵⁰⁾, o a un disolvente adecuado para su análisis mediante LC ^{151) 152)}. Hay que apuntar no obstante que existe una nueva unidad de extracción que permite el análisis automático de hasta 98 ó 196 barras agitadoras recubiertas de PDMS ¹⁵³⁾. La SBSE ha permitido, en combinación con GC-MS y con volúmenes de muestra de unos 10 ml, el análisis de compuestos que van, desde los no polares PAHs ¹⁵¹⁾ a algunos compuestos organoestánicos ¹⁵⁴⁾ en aguas, fungicidas del tipo de dicarboximida en vino ¹⁵⁵⁾ y aditivos en bebidas y salsas ¹⁵⁶⁾ a niveles de μ l/l (lo cual, en realidad, no representa una mejora real con relación a lo obtenido con volúmenes similares en sistemas de SPE-GC-MS). Al igual que en la SPME, la SBSE de matrices más complejas, como fluidos biológicos ^{157) 158)} o muestras sólidas ^{152) 153)}, sólo se pueden llevar a cabo después de un pretratamiento que permita un apropiado aislamiento de los analitos de interés del resto de la matriz. A modo de ejemplo, la Fig. 5 muestra el cromatograma típico que se obtiene mediante SBSE, seguida de desorción térmica y GC-MS, para un extracto metanólico diluido de lechuga (para la cuantificación de vinclozolin, tolclofos-metil y procimidona se eligieron los iones m/z 212, 265 y 283, respectivamente). Este estudio muestra el potencial de la SBSE como método de screening multiresidual para pesticidas a nivel de μ g/kg. En otras palabras, demuestra que unos 5 g de vegetales o frutas bastan para alcanzar LODs por debajo de los niveles máximos permitidos para estas sustancias en la Unión Europea ¹⁵³⁾. Los compuestos preconcentrados en la barra magnética pueden también ser extraídos en un pequeño volumen de disolvente, por ejemplo, 500 μ l ¹⁵⁹⁾. Sin embargo, el claro inconveniente de esta aproximación es la mayor manipulación de la muestra y la dilución de los analitos, es decir, la pérdida de detectabilidad del analito ya que sólo una fracción del extracto final suele ser inyectado en el sistema de LC.

CONCLUSIONES

Los avances de los últimos años en el campo de la LC, GC y CE y la posibilidad de acoplar estas técnicas con detectores sensibles y selectivos, como -MS y -MS MS, permiten asegurar la correcta detección, identificación y cuantificación de contaminantes traza en matrices medioambientales complejas a los bajos niveles establecidos en las legislaciones vigentes, con tiempos de análisis razonablemente cortos. Estos avances, a su vez, están impulsando nuevos desarrollos en el campo de la preparación de muestra. Los objetivos básicos en este caso son simplificar el proceso, aumentar su rapidez y/o su miniaturización, como pasos previos al desarrollo de sistemas integrados y automatizables que permitan incrementar la capacidad de análisis total y reducir sus costes, pero manteniendo los criterios de calidad de los procedimientos convencionales. Los ejemplos presentados en esta revisión demuestran que la SPE-LC y la SPE-GC pueden ser consideradas como técnicas maduras, y miniaturizadas, que cumplen estos requisitos. Los intentos de miniaturizar (y simplificar) aún más estas técnicas han llevado al desarrollo de métodos basados en LVI-LC o SSC, que ya han demostrado su utilidad para el análisis rápido (en unos pocos minutos) de muestras acuosas reales con gastos mínimos de muestra y disolvente (unos pocos ml y μ l, respectivamente). Otras técnicas, como la SPME y la SBSE, han demostrado también ser útiles para el análisis de extractos líquidos, aunque presentan ciertas limitaciones inherentes a su diseño o a su posibilidad de acoplamiento con la etapa posterior de análisis instrumental, salvo que se disponga de sistemas especialmente diseñados para este fin. En otros casos, la posibilidad de aplicar la técnica desarrollada al análisis de contaminantes endógenos en muestras y extractos líquidos aún debe ser demostrada mediante el análisis de matrices no suplementadas.

En resumen, la miniaturización puede ser considerada como una tendencia clara dentro del campo de la preparación de muestra para análisis medioambiental. Los esfuerzos de los últimos años han llevado ya al desarrollo de nuevas y valiosas aproximaciones y técnicas analíticas que permiten superar las limitaciones de los procedimientos hasta ahora empleados. Es de prever que los estudios en esta línea permitirán en los próximos años conseguir nuevos avances que hagan posible superar algunas de las limitaciones aún existentes en este campo para el análisis de muestras líquidas.

LISTA DE ACRÓNIMOS

LLE	Extracción líquido-líquido
SPE	Extracción en fase sólida
SPME	Microextracción en fase sólida
SDME	Microextracción en una gota
LPME	Microextracción en fase líquida
SBSE	Extracción por absorción sobre barra agitadora
ISPE	Extracción en fases inmunoabsorbentes
MIP	Polímeros de impresión molecular
RAM	Materiales con acceso restringido
LLLME	Microextracción líquido-líquido-líquido
ISPR	Absorbente con superficie interna de fase reversa
LVI	Inyección de grandes volúmenes

REFERENCIAS

- (1) Sweedler JV (2002) *Anal Bioanal Chem* 373:321-322
- (2) Majors RE (2003) *LC-GC* 16:71-81
- (3) Alix A, Collot D, Nénon JP, Anger JP (2001) *Anal Chem* 73:3107-3111
- (4) Kristenson EM, Shahmiri S, Slooten CJ, Vreuls RJJ, Brinkman UATH (2004) *Chromatographia* 59:315-320
- (5) Deveau P, Mallet VM (1999) *Intern J Environ Anal Chem* 75:331-344
- (6) Vreuls JJ, Romijn E, Brinkman UATH (1998) *J Microcol Sep* 10:581-588
- (7) Catalina MI, Dallüge J, Vreuls JJ, Brinkman UATH (2000) *J Chromatogr A* 877:153-166
- (8) Hauser B, Popp P, Kleine-Benne E (2002) *J Chromatogr A* 963:27-36
- (9) Psillakis E, Kalogerakis N (2002) *Trends Anal Chem* 21:53-63
- (10) Liu H, Dasgupta PK (1996) *Anal Chem* 68:1817-1821
- (11) Liu W, Lee HK (2000) *Anal Chem* 72:4462-4467
- (12) Jeannot MA, Cantwell FF (1996) *Anal Chem* 68:2236-2240
- (13) Jeannot MA, Cantwell FF (1997) *Anal Chem* 69:235-239
- (14) de Jager LS, Andrews ARJ (1999) *Chromatographia* 50:733-738
- (15) He Y, Lee HK (1997) *Anal Chem* 69:4634-4640
- (16) Psillakis E, Kalogerakis N (2001) *J Chromatogr A* 907:211-219
- (17) de Jager LS, Andrews ARJ (2000) *Analyst* 125:1943-1948
- (18) Lampropoulou DA, Albanis TA (2004) *J Chromatogr A* 1049:17-23
- (19) de Jager LS, Andrews ARJ (2001) *J Chromatogr A* 911:97-105
- (20) Hou L, Hian KL (2004) *J Chromatogr A* 1038:37-42
- (21) Basheer C, Balasubramanian R, Lee HK (2003) *J Chromatogr A* 1016:11-20
- (22) Hou L, Lee HK (2002) *J Chromatogr A* 976:377-385
- (23) Basheer C, Lee HK (2004) *J Chromatogr A* 1054:163-16933
- (24) Wang Y, Kwok YC, He Y, Lee HK (1998) *Anal Chem* 70:4610-4614
- (25) Ho TS, Pedersen-Bjergaard S, Rasmussen KE (2002) *J Chromatogr A* 963:3-17
- (26) Andersen S, Halvorsen TG, Pedersen-Bjergaard S, Rasmussen KE (2002) *J Chromatogr A* 963:303-312
- (27) Hou L, Shen G, Lee HK (2003) *J Chromatogr A* 985:107-116
- (28) Ma M, Cantwell FF (1999) *Anal Chem* 71:388-393
- (29) Zhu L, Tay CB, Lee HK (2002) *J Chromatogr A* 963:231-237
- (30) Zhu L, Ee KH, Zhao L, Hian KL (2002) *J Chromatogr A* 963:335-343
- (31) van de Merbel NC, Lagerwerf FM, Lingeman H, Brinkman UATH (1994) *Intern J Environ Anal Chem* 54:105-118
- (32) Norberg J, Zander Å, Jönsson J Å (1997) *Chromatographia* 46:483-488
- (33) Norberg J, Thordarson E (2000) *Analyst* 125:673-676
- (34) Shen Y, Jönsson J Å, Mathiasson L (1998) *Anal Chem* 70:946-953
- (35) Zhou Q, Liu J, Cai Y, Liu G, Jiang G (2003) *Microchem J* 74:157-163
- (36) Liu J, Chao J, Wen M, Jiang G (2001) *J Sep Sci* 24:874-878
- (37) Chao J, Liu J, Wen M, Liu J, Cai Y, Jiang G (2002) *J Chromatogr A* 955:183-189
- (38) Psillakis E, Kalogerakis N (2003) *Trends Anal Chem* 22: 565-574
- (39) Rasmussen KE, Pedersen-Bjergaard S (2004) *Trends Anal Chem* 23:1-10

- (40) Shen Y, Jönsson JA, Mathiasson L (1998) *Anal Chem* 70:946-953
- (41) Jönsson JA, Mathiasson L (2000) *J Chromatogr A* 902:205-225
- (42) Baltussen E, Cramers CA, Sandra P (2002) *Anal Bioanal Chem* 373:3-22
- (43) Poole CF (2003) *Trends Anal Chem* 22:362-373
- (44) Hennion MC (1999) *J Chromatogr A* 856:3-54
- (45) Hennion MC, Pichon V (2003) *J Chromatogr A* 1000:29-52
- (46) Mol HGJ, Staniewski J, Janssen HG, Cramers CA, Ghijsen RT, Brinkman UATH (1993) *J Chromatogr A* 630:201-212
- (47) Lipinski J (2001) *Fresenius J Anal Chem* 369:57-62
- (48) Gou Y, Eisert R, Pawliszyn J (2000) *J Chromatogr A* 873:137-147
- (49) Bagheri H, Salemi A (2004) *Chromatographia* 59:501-505
- (50) Saito Y, Jinno K (2003) *J Chromatogr A* 1000:53-67
- (51) Saito Y, Jinno K (2002) *Anal Bioanal Chem* 373:325-331
- (52) Saito Y, Nojiri M, Imaizumi M, Nakao Y, Morishima Y, Kanehara H, Matsuura H, Kotera K, Wada H, Jinno K (2002) *J Chromatogr A* 975:105-112
- (53) Smith RM (2003) *J Chromatogr A* 1000:3-27
- (54) Vreuls JJ, Louter AJH, Brinkman UATH (1999) *J Chromatogr A* 856:279-314
- (55) Simpson NJK (2000) (ed) *Solid-phase extraction. Principles, techniques and applications* Marcel Dekker, New York
- (56) Brinkman UATH (1999) (ed) *Hyphenation: hype and fascination*. Elsevier, Amsterdam
- (57) Barceló D, Hennion MC (1997) (eds) *Trace determination of pesticides and their degradation products in water* Elsevier, Amsterdam
- (58) Patsias J, Papadopoulou-Mourkidou E (2000) *J Chromatogr A* 904:171-188
- (59) Wissiack R, Rosenberg E (2003) *J Chromatogr A* 963:149-157
- (60) Bagheri H, Brouwer ER, Ghijsen RT, Brinkman UATH (1993) *J Chromatogr A* 647:121-129
- (61) Hogenboom AC, Hofman MP, Jolly DA, Niessen WMA, Brinkman UATH (2000) *J Chromatogr A* 885:377-388
- (62) Capiello A, Berloni A, Famigliani G, Mangani F, Palma P (2001) *Anal Chem* 73:298-302
- (63) Minnaard WA, Slobodnik J, Vreuls JJ, Hupe KP, Brinkman UATH (1996) *J Chromatogr A* 696:333-340
- (64) Hogenboom AC, Speksnijder P, Vreeken RJ, Niessen WMA, Brinkman UATH (1997) *J Chromatogr A* 777:81-90
- (65) Hogenboom AC, Steen RJCA, Niessen WMA, Brinkman UATH (1998) *Chromatographia* 48:475-480
- (66) Køppen B, Spliid NH (1998) *J Chromatogr A* 803:157-168
- (67) Steen RJCA, Hogenboom AC, Leonards PEG, Peerboom RAL, Cofino WP, Brinkman UATH (1999) *J Chromatogr A* 857:157-166
- (68) Jeannot R, Sabik H, Sauvard E, Genin E (2000) *J Chromatogr A* 879:51-71
- (69) Hogenboom AC, Niessen WMA, Brinkman UATH (1999) *J Chromatogr A* 841:33-44
- (70) Hogenboom AC, Niessen WMA, Brinkman UATH (2000) *Rapid Commun Mass Spectrom* 14:1914-1924
- (71) Hogenboom AC, Hofman MP, Kok SJ, Niessen WMA, Brinkman UATH (2000) *J Chromatogr A* 892:379-390
- (72) Pérez M, Alario J, Vázquez A, Villén J (1999) *J Microcol Sep* 11:582-589
- (73) Hankemeier Th, van Leeuwen SPI, Vreuls JJ, Brinkman UATH (1998) *J Chromatogr A* 811:117-133
- (74) Verma KK, Louter AJH, Jain A, Pocurull E, Vreuls JJ, Brinkman UATH (1997) *Chromatographia* 44:372-380
- (75) Louter AJH, van Doornmalen J, Vreuls JJ, Brinkman UATH (1996) *J High Resol Chromatogr* 19:679-685
- (76) Hankemeier Th, Steketee PC, Vreuls JJ, Brinkman UATH (1999) *Fresenius J Anal Chem* 364:106-112
- (77) Hankemeier Th, Rozenbrand J, Abhadur M, Vreuls JJ, Brinkman UATH (1998) *Chromatographia* 48:273-283
- (78) Hankemeier Th, Hooijschuur E, Vreuls JJ, Brinkman UATH, Visser T (1998) *J High Resol Chromatogr* 21:341-346
- (79) Hankemeier Th, Brinkman UATH "On-line solid-phase extraction-capillary gas chromatography-mass spectrometry for water analysis" in: Niessen WMA (2001) (ed) *Current practice of gas chromatography-mass spectrometry*, Dekker, New York
- (80) Hooijschuur EWJ, Kientz ChE, Brinkman UATH (2001) *J Chromatogr A* 928:187-199
- (81) Brouwer ER, Lingeman H, Brinkman UATH (1990) *Chromatographia* 29:415-418
- (82) Kwakman PJM, Vreuls JJ, Brinkman UATH, Ghijsen RT (1992) *Chromatographia* 34:41-47
- (83) Fritz JS, Masso JJ (2001) *J Chromatogr A* 909:79-85
- (84) Gabaldón JA, Cascales JM, Maquieira A, Puchades R (2002) *J Chromatogr A* 963:125-136
- (85) Tempels FWA, Underberg WJM, Somsen GW, de Jong GJ (2004) *Anal Chem* 76:4432-4436
- (86) Wu XZ (2003) *Trends Anal Chem* 22:48-58

- (87) Viña Orjales A, Carou Turnes MI, Prieto Blanco MC, López Mahía P, Muniategui Lorenzo S, Prada Rodríguez D (2000) *Chromatographia* 51:77-82
- (88) Morales S, Cela R (2002) *Electrophoresis* 23:408-413
- (89) Ban E, Choi OK, Chung WY, Park CS, Yoo EA, Chung BC, Yoo YS (2001) *Electrophoresis* 22:2173-2178
- (90) Stegehuis DG, Irth H, Tjaden UR, van der Greef J (1991) *J Chromatogr A* 538:393-402
- (91) Cai J, El Rassi Z (1992) *J Liq Chromatogr* 15:1179-1192
- (92) Jenkins MA, Guerin MD (1997) *J Chromatogr B* 699:257-268
- (93) Tsai C, Chen Y, Her G (1998) *J Chromatogr A* 813:379-386
- (94) Lamoree MH, Sprang AFH, Tjaden UR, van der Greef J (1996) *J Chromatogr A* 742:235-242
- (95) Huie CW (2003) *Electrophoresis* 24:1508-1529
- (96) Veraart JR, Groot MCE, Gooijer C, Lingeman H, Velthorst NH, Brinkman UATH (1999) *Analyst* 124:115-118
- (97) Kok SJ, Kristenson EM, Gooijer C, Velthorst NH, Brinkman UATH (1997) *J Chromatogr A* 771:331-342
- (98) Kuijt J, García-Ruiz C, Stroomberg GJ, Marina ML, Ariese F, Brinkman UATH, Gooijer C (2001) *J Chromatogr A* 907:291-299
- (99) Picó Y, Rodríguez R, Mañes J (2003) *Trends Anal Chem* 22:133-151
- (100) Barr DB, Needham LL (2002) *J Chromatogr B* 778:5-29
- (101) Bvon Brocke A, Nicholson G, Bayer E (2001) *Electrophoresis* 22:1251-1266
- (102) Eash DT, Bushway RJ (2000) *J Chromatogr A* 880:281-294
- (103) Molina M, Wiedmer SK, Jussila M, Silva M, Riekkola M (2001) *J Chromatogr A* 927:191-202
- (104) Menzinger F, Schmitt-Kopplin P, Frommberger M, Freitag D, Kettrup A (2001) *Fresenius J Anal Chem* 371:25-34
- (105) Song X, Budde WL (1998) *J Chromatogr A* 829:327-340
- (106) Safarpou H, Asiaie R, Katz S (2004) *J Chromatogr A* 1036:217-222
- (107) Rodríguez R, Mañes J, Picó Y (2003) *Anal Chem* 75:452-459
- (108) Yu Z, Westerlund D (1998) *Chromatographia* 47:299-304
- (109) van der Hoeven RA, Hofte AJ, Frenay M, Irth H, Tjaden UR, van der Greef J, Rudolphi A, Boos KS, Marko-Varga G, Edholm LE (1997) *J Chromatogr A* 762:193-200
- (110) Parrilla P, Kaim P, Hogendoorn EA, Baumann RA (1999) *Fresenius J Anal Chem* 363:77-82
- (111) Pichon V, Hennion MC, in Pawliszyn J (ed) (2002) *Sampling and sample preparation for field and laboratory, comprehensive analytical chemistry, vol XXXVII, Elsevier, Amsterdam*
- (112) Schoenztetter E, Pichon V, Thiebaut D, Fernández-Alba A, Hennion MC (2000) *J Microcol Sep* 12:316-322
- (113) Stevenson D (1999) *Trends Anal Chem* 18:154-158
- (114) Sellergren B (1999) *Trends Anal Chem* 18:164-174
- (115) Ferrer I, Barceló D (1999) *Trends Anal Chem* 18:180-192
- (116) Chapuis F, Pichon V, Henion MC (2004) *LC-GC Eur* 17:408-417
- (117) Yoshizako K, Hosoya K, Iwakoshi Y, Kinata K, Tanaka N (1998) *Anal Chem* 70:386-389
- (118) Lavignac N, Allender CJ, Brain KR (2004) *Anal Chim Acta* 510:139-145
- (119) Ferrer I, Lanza F, Tolokan A, Horvath V, Sellergren B, Horvai G, Barceló D (2000) *Anal Chem* 72:3934-3941
- (120) Zhuf QZ, Degelmann P, Niessner R, Knopp D (2002) *Environ Sci Technol* 36:5411-5420
- (121) Masqué N, Marcé RM, Borrull F, Cormack PAG, Sherrington DC (2000) *Anal Chem* 72:4122-4126
- (122) Shahtaheri SJ, Kwasowski PW, Stevenson D (1998) *Chromatographia* 47:453-456
- (123) Concejero MA, Galve R, Herradón B, González MJ, de Frutos M (2001) *Anal Chem* 73:3119-3125
- (124) Bouzige M, Pichon V, Hennion MC (1999) *Environ Sci Technol* 33:1916-1925
- (125) Dallüge J, Hankemeier Th, Vreuls JJ, Werner G, Brinkman UATH (1999) *J Chromatogr A* 830:377-386
- (126) Arthur CL, Pawliszyn J (1990) *Anal Chem* 62:2145-2148
- (127) Pawliszyn J (1997) (ed) *Solid-phase microextraction-Theory and practice*. Wiley, New York
- (128) Pawliszyn J (1999) (ed) *Applications of solid-phase microextraction*. Royal Society of Chemistry, Cambridge
- (129) Vas G, Vekey K (2004) *J Mass Spectrom* 39:233-254
- (130) Koster EHM, Crescenzi C, den Hoedt W, Ensing K, de Jong GJ (2001) *Anal Chem* 73:3140-3145
- (131) Djozan DJ, Abdollahi L (2003) *Chromatographia* 57:799-804
- (132) Yu X, Pawliszyn J (2000) *Anal Chem* 72:1788-1792
- (133) Sarrión MN, Santos FJ, Galcerán MT (2000) *Anal Chem* 72:4865-4873
- (134) Shu YY, Wang SS, Tardif M, Huang Y (2003) *J Chromatogr A* 1008:1-12

- (135) Li K, Fingas M (1998) *Anal Chem* 70:2510-2515
- (136) Fustinoni S, Giampiccolo R, Pulvirenti S, Buratti M, Colombi A (1999) *J Chromatogr B* 723:105-115
- (137) Chen W, Poon KF, Lam MHW (1998) *Environ Sci Technol* 32:3816-3820
- (138) Ramil Criado M, Rodríguez Pereiro I, Cela Torrijos R (2004) *J Chromatogr A* 1056: 187-194
- (139) Hernández F, Beltrán J, López FJ, Gaspar JV (2000) *Anal Chem* 72:2313-2322
- (140) Grote C, Levsen K, Wünsch G (1999) *Anal Chem* 71:4513-4518
- (141) Mester Z, Pawliszyn J (2000) *J Chromatogr A* 873:129-135
- (142) Simplício AL, Boas LV (1999) *J Chromatogr A* 833:35-42
- (143) Lord H, Pawliszyn J (2000) *J Chromatogr A* 885:153-193
- (144) Cai Y, Bayona JM (1995) *J Chromatogr A* 696:113-122
- (145) Stashenko EE, Martínez JR (2004) *Trends Anal Chem* 23:553-561
- (146) Tomkins BA, Sega GA, Ho CH (2001) *J Chromatogr A* 909:13-28
- (147) Bouaid A, Ramos L, González MJ, Fernández P, Cámara C (2001) *J Chromatogr A* 939:13-21
- (148) Mayer P, Vaes WHJ, Wijnker F, Legierse KCHM, Kraaij RH, Tolls J, Hermens JLM (2000) *Environ Sci Technol* 34:5177-5183
- (149) Baltussen E, Sandra P, David F, Cramers C (1999) *J Microcol Sep* 11:737-747
- (150) Baltussen E, David F, Sandra P, Cramers C (1999) *Anal Chem* 71:5213-5216
- (151) Popp P, Bauer C, Wennrich L (2001) *Anal Chim Acta* 436:1-9
- (152) Kawaguchi M, Takahashi S, Seshimo F, Sakui N, Okanouchi N, Ito R, Inoue K, Yoshimura Y, Izumi S, Makino T, Nakazawa H (2004) *J Chromatogr A* 1046:83-88
- (153) Sandra P, Tienpont B, David F (2003) *J Chromatogr A* 1000:299-309
- (154) Vercauteren J, Pérès C, Devos C, Sandra P, Vanhaeke F, Moens L (2001) *Anal Chem* 73:1509-1514
- (155) Sandra P, Tienpont B, Vercammen J, Tredoux A, Sandra T, David J (2001) *J Chromatogr A* 928:117-126
- (156) Ochiai N, Sasamoto K, Takino M, Yamashita S, Daishima S, Heiden AC, Hoffmann A (2002) *Anal Bioanal Chem* 373:56-63
- (157) Tienpont B, David F, Desmet K, Sandra P (2002) *Anal Bioanal Chem* 373:46-55
- (158) Benijts T, Vercammen J, Dams R, Pham-Tuan H, Lambert W, Sandra P (2001) *J Chromatogr B* 755:137-142
- (159) Blasco C, Font G, Picó Y (2002) *J Chromatogr A* 970:210-212

NOTICIAS DE LA SECyTA

LA V REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA (34ª REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GCTA)

La V Reunión Científica de la SECyTA se celebró dentro de las 11as JORNADAS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL (JAI), en Barcelona del 15 al 17 de noviembre del presente año. En estas Jornadas se han dado cita representantes de los diferentes grupos de investigación dedicados a la química analítica, y otras áreas de conocimiento relacionadas, dentro de España. El atractivo programa científico, su amplia difusión, así como la posibilidad de acceder a Expoquimia y conocer las últimas novedades en instrumentación, han hecho posible que esta edición haya alcanzado una elevada participación, superior a las convocatorias anteriores.

Como todos los años, cabe destacar el carácter interdisciplinar de los temas expuestos durante el congreso. Las conferencias plenarias así como las invitadas, presentadas por conferenciantes de reconocido prestigio a nivel nacional e internacional, mostraron los nuevos avances de la química analítica enfocados a temas tan diversos como la contaminación medioambiental, los alimentos bioactivos, la seguridad alimentaria, los biosensores, la proteómica, así como la aplicación de técnicas quimiométricas al análisis de sistemas multicomponente.

También es de destacar la labor de difusión del evento por parte de la organización, lo que quedó reflejado en la amplia participación en estas jornadas con la presentación de 44 comunicaciones orales y más de 530 carteles, repartidos en las siguientes categorías:

- Alimentos y Seguridad Alimentaria
- Bioanálisis y Proteómica
- Docencia, Contribuciones Teóricas, Metrología y Quimiometría
- Nuevos Desarrollos en Instrumentación Analítica, Nanotecnología y Miniaturización en Análisis Químico
- Materiales y Productos industriales
- Medio Ambiente
- Especiación
- Biosensores y Métodos de Cribado (screening)
- Arqueometría y Otras contribuciones

Algunas de estas contribuciones recibieron un reconocimiento especial en forma de premios que fue-

ron otorgados tras la ceremonia de clausura que tuvo lugar el jueves 17 de noviembre en la sala principal de conferencias:

Premios Thermo Electron Corporation a los mejores trabajos de Espectrometría de Masas, repartidos en dos categorías:

Mejores carteles basados en aplicaciones de la Espectrometría de Masas para:

- Ana Pereira Navaza, Jorge Ruiz Encinar, Montserrat Carrascal Pérez, Joaquín Abián Moñux y Alfredo Sanz-Medel por "Qualitative and quantitative analysis of phosphopeptides using elementspecific detection (ICP MS)"
- J. Malavia, M. Ábalos, F.J. Santos, E. Abad, J. Rivera y M. T. Galceran por "Validation of GC-Ion Trap tandem mass spectrometry method for the analysis of PCDD/FS and dioxin-like PCBS in food samples"
- W. Brüchert, A. Helfrich y J. Bettmer por "On-line coupling of gel electrophoresis (GE) to inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS): a new tool in DNA analysis and phosphoproteomics"
- V. Sanz-Nebot, C. Reolid y J. Barbosa por "Caracterización de priones recombinantes bovinos por electroforesis capilar y cromatografía de líquidos acoplada a la espectrometría de masas"
- M. Huerta Fontela, E. Moyano, L. Puignou y M. T. Galceran por "Characterization of heparin hexasaccharides by capillary electrophoresis/tandem mass spectrometry and HPLC/ tandem mass spectrometry"
- Juan M. Sanchez y Richard D. Sacks por "The development of a multi-bed sorption trap, comprehensive two-dimensional GC, and time-of-flight ms system for the analysis of volatile organic compounds in human breath"

Mejor trabajo de Espectrometría de masas para "Development of a gas chromatography/triple quadrupole mass spectrometry based method for the quantification of pesticides in food commodities" de José Luis Martínez Vidal, Francisco Javier Arrebola Liébanas, Manuel Juan González Rodríguez, Antonia Garrido Frenich y José Luis Fernández Moreno del

Departamento de Química Analítica, Grupo de Investigación "Química Analítica de Contaminantes", Universidad de Almería

Premio Sigma-Aldrich al mejor trabajo en SPME a Mateo-Vivaracho, Laura; Ferreira, Vicente; Cacho, Juan por "Ultratrace determination of aroma-active tilos by automated headspace solid-phase microextraction with in-fiber derivatization and GC-ECD and GC-MS-NCI"

Premio Agilent Technologies al mejor trabajo de técnicas de separación a Pilar Lara-Quintanar, Mercedes de Frutos y José Carlos Díez-Masa por "Development and evaluation of different microfluidic interfaces for a two-dimensional capillary electrophoresis (2D-CE) system"

Premios JAI a las tres mejores comunicaciones del **área de alimentos** a:

- M.P. Hermo, S. Bailac, M.K. Hassouan, O. Ballesteros, A. Navalón, D. Barrón, y J. Barbosa por "Estudio comparativo de los límites de detección obtenidos para quinolonas en carnes utilizando CE, LC, LC/MS Y LC/MS/MS"
- P. Rodríguez-Plaza, R. González, M.V. Moreno-Arribas, M.C. Polo, G. Bravo, J.M. Martínez-Zapater y A. Cifuentes por "Combining microsatellite markers and capillary gel electrophoresis with laser induced fluorescence to identify the grape variety of musts"
- J. Malavia, M. Ábalos, F.J. Santos, E. Abad, J. Rivera y M. T. Galceran por "Validation of GC-ion trap tandem mass spectrometry method for the analysis of PCDD/FS and dioxin-like PCBS in food sample"

Premios JAI a las tres mejores comunicaciones del **área de medioambiente** a:

- V. Martí, S. Meca, M. Rovira, F. Seco, J.L. Cortina, J. De Pablo y A. Farran por "Uranyl species characterization in aqueous solution by time-resolved laser fluorescence spectrometry (trlfs)"
- E.I. Vereda Alonso, M.T. Siles Cordero, A. García de Torres y J.M. Cano Pavón por "Automated on-line preconcentration and determination of lead using a psth-cpg-microcolumn and tungsten-rhodium permanent chemical modifier in biological materials and sea waters by electrothermal atomic absorption spectrometry"

- Mughari, A.R.; Martínez Galera, M.; Parrilla Vázquez y Santiago Valverde, R por "Determination of phenylurea herbicides in groundwater samples by coupled-column liquid chromatography combined with post-column photochemically induced fluorimetry derivatization and fluorescence detection"

Premios JAI a las cuatro mejores comunicaciones del **área instrumental** (excluidos alimentos y medioambiente) a:

- Balaguer, A. Salvador, A. Chisvert, M. Meliá, O. Díez y M. Herráez por "Desarrollo de un método analítico para el estudio in vitro de la absorción percutánea del ácido fenildibenzimidazol tetra-sulfónico contenido en lociones solares"
- Adriana M. Alzate, Concepción Pérez-Conde, Ana M. Gutiérrez, Benito Cañas y Carmen Cámara por "Study of inorganic selenium biotransformation in the process of yogurt fermentation"
- Patricia Abad-Valle, M. Teresa Fernández-Abedul y Agustín Costa-García por "Selectivity study of mismatched dna strands with an enzymatic-electrochemical genosensor"
- E. Barrado; J.A. Rodríguez y Y. Castrillejo por "Liquid magneto-chromatography with renewable stationary phase for determination of aspartame and its hydrolysis products in diet soft drinks"

Premio SEQA Investigadores Noveles a María Piñeiro Iglesias, Universidad de A Coruña.

Cabe mencionar que un gran número de los trabajos premiados fueron realizados por miembros de la SECyTA, lo que realmente constituye un orgullo para todos los que formamos parte de ella.

Tras la entrega de premios se despidió a los presentes con un cocktail en el mismo recinto donde se celebraron las conferencias. La cena de gala celebrada en años anteriores fue sustituida por una cena-homenaje, de asistencia opcional, al profesor D. Miguel Valcárcel como muestra de agradecimiento por su tarea realizada en la FECS (Federación Europea de Sociedades Químicas) y en la promoción de la Química Analítica. Dicha celebración tuvo lugar el día 16 de Noviembre en el particular entorno de la Cava de Freixenet.

Irene Rodríguez-Meizoso

Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)

V ASAMBLEA GENERAL DE LA SECyTA (34ª ASAMBLEA DEL GCTA)

La V Asamblea General de la SECyTA se celebró durante las 11as Jornadas de Análisis Instrumental, el día 16 de Noviembre, en el Pabellón 2-Sala 3 2 del Recinto Gran Vía M2 (Barcelona), con el siguiente Orden del Día:

1. Lectura y aprobación del Acta de la Reunión anterior
2. Informe del Presidente
3. Informe de la Secretaria
4. Informe de la Tesorera
5. Elecciones (renovación Parcial de la Junta de Gobierno)
6. Ruegos y preguntas

Después de la bienvenida del Presidente a todos los Socios asistentes, la Asamblea se inició adelantando el punto 5º del Orden del Día, correspondiente al proceso de Elecciones, de manera que se pudiera realizar la votación durante el transcurso de dicha Asamblea. En primer lugar, el Presidente leyó el Artículo 15 (2º párrafo) de los Estatutos, relativo al proceso de renovación de la Junta de Gobierno, e indicó los cargos a cubrir: Tesorero, un Vicepresidente y cuatro Vocales. El Presidente comentó, asimismo, el caso particular de la actual Tesorera, Dña. Begoña Jiménez Luque, que fue elegida en la III Asamblea General (Almería, 2003) ya que el anterior Tesorero había pedido ser relevado de su cargo. La actual Tesorera llevaba, por lo tanto, sólo 2 años ocupando este cargo, por lo que no sería necesaria su renovación; sin embargo, los Estatutos contemplan que el cargo de Tesorero debe ser elegido en esta ocasión. Después de consultar con los Asesores Jurídicos, la forma más simple de hacer compatible la situación de hecho con lo que prevén los Estatutos es que la Tesorera, si así lo desea, presente de nuevo su candidatura en estas Elecciones.

Las personas que se sustituían, por cese Estatutario, eran:

- D. Jordi Mañes i Vinuesa (Vicepresidente)
- Dña. Begoña Jiménez Luque (Tesorera)
- D. Alberto Cepeda Sáez (Vocal)
- D. Miguel Ángel Cortés Fernández (Vocal)
- Dña. Mercedes de Frutos Gómez (Vocal)
- D. Amadeo Rodríguez Fernández-Alba (Vocal)

Los Socios que presentaron su candidatura para estas elecciones fueron:

- Vicepresidenta: Dña. Yolanda Picó García
- Tesorera: Dña. Begoña Jiménez Luque
- Vocales: Dña. Ana Agüera López
- Dña. Coral Barbas Arribas
- D. Félix Hernández Hernández
- D. Miguel Ángel Pérez Alonso

Se entregó a los Socios asistentes a la Asamblea las papeletas, previamente preparadas, en las que figuraban los nombres de los candidatos. A continuación, se procedió a la formación de la mesa electoral, compuesta por el Socio más antiguo y el más moderno asistentes a la Asamblea: D. Jesús Sanz Perucha y Dña. Irene Rodríguez Meizoso, respectivamente. La Secretaria entregó a los miembros de la Mesa el Censo de Socios para la votación, así como los votos recibidos por correo o que le habían sido entregados personalmente, según el formato establecido en la convocatoria de las elecciones.

1. Lectura y aprobación, si procede, del Acta de la Reunión anterior.

La Secretaria leyó el Acta de la Reunión anterior, que fue aprobada, por unanimidad, sin correcciones.

2. Informe del Presidente.

2.1. Puesta al día de los Estatutos e Inscripción en el Registro de Asociaciones.

Una vez realizadas, con el acuerdo de los Socios asistentes a la IV Asamblea General de la SECyTA, las mínimas correcciones de forma requeridas para adaptar los antiguos Estatutos a la Ley Orgánica 1/2002, de 22 de marzo de 2002, que regula el Derecho de Asociación, los Estatutos se presentaron en el Registro Nacional de Asociaciones el pasado 28 de junio. Estudiados los Estatutos en el Área de Asociaciones, se nos ha requerido que se subsanara un pequeño error material que aparecía el Art. 26, de manera que se indicó que, en caso de acordarse la disolución de la Asociación, si existiese un saldo líquido favorable, "se destine a entidades de fines de interés general

análogos" Solventado este error, los Estatutos se han presentado de nuevo en el Registro el pasado día 8 de noviembre y, en estos momentos, se está esperando su aprobación definitiva.

2.2. Inicio de los trámites para extender un Poder Notarial a varios miembros de la Junta de Gobierno

Con este Poder se pretende facilitar el trabajo de los miembros de esta Junta en lo que se refiere a relaciones y actos ante toda clase de Instituciones Nacionales o Internacionales (al menos un miembro en representación de toda la Junta de Gobierno), así como en operaciones económicas (al menos dos miembros en representación de toda la Junta de Gobierno).

2.3. Organización de la próxima Reunión Científica de la SECyTA.

La Dra. Ana Gago (Profesora de la Universidad de Vigo) ha aceptado, con el visto bueno del Director del Departamento de Química Analítica de esta Universidad, hacerse cargo de la organización de la próxima Reunión Científica. Se barajan como fechas posibles para su celebración, los meses de septiembre a noviembre de 2006, intentando no coincidir en fechas con otros congresos de interés. Por otra parte, ya se ha comenzado a solicitar las correspondientes subvenciones nacionales, regionales y del CSIC.

Asimismo, el Presidente confirma que, con el acuerdo de todas las partes implicadas en la organización de las Jornadas de Análisis Instrumental, la Dirección de la Fira de Barcelona ha remitido una carta (se da lectura a la misma) en la que se confirma que las XIIas Jornadas de Análisis Instrumental (2008), en el marco de Expoquimia, estarán presididas y coordinadas por la SECyTA.

2.4. Pertenencia de la SECyTA a la *European Society of Separation Sciences* (EuSSS)

El 24 de febrero se solicitó por escrito la incorporación de la SECyTA a la EuSSS. El pasado 19 de octubre se firmaron, por parte de la SECyTA, los Estatutos de esta Sociedad Europea. En este momento, estamos a la espera de que se nos convoque a la próxima Asamblea Constituyente.

3. Informe de la Secretaria.

3.1. Nuevos Socios en el 2005: 18.

3.2. Resumen del proceso de actualización de los listados de Secretaría, Tesorería y del Boletín.

En enero de 2004 se disponía de un listado de 730 Socios que, como había puesto de manifiesto la

anterior Junta Directiva de la SECyTA, debía ser revisado. De estos Socios, 390 se podían englobar en alguna de las situaciones siguientes: (a) impago; (b) sin datos de cuenta corriente; (c) sin señas de contacto y (d) en el listado de bajas, sin haber confirmado personalmente esta circunstancia. Se ha contactado durante el primer semestre del año, por correo electrónico y/o por correo postal, con 293 Socios. No ha sido posible localizar la dirección de contacto de 97 Socios, a pesar de haber realizado búsquedas por Internet y de haber intentado su localización a través de otros miembros de la SECyTA. La Junta de Gobierno de la SECyTA, reunida el 10 de Junio de 2005, acordó enviar a todos los Socios que no habían contestado hasta el momento, una carta (con fecha de 1 de Septiembre) comunicando de manera oficial su baja si no manifestaban lo contrario antes del 30 de Septiembre. Como resumen final, de los 390 Socios sometidos a este estudio, 46 han confirmado su pertenencia a la Asociación y se han formalizado las bajas de los 344 Socios restantes. A fecha de 16 de Noviembre de 2005, el número total de miembros de la SECyTA es de 454.

Finalmente, la Secretaria indica que se ha cotejado la lista de Socios de Secretaría con los listados de Tesorería y del Boletín y que se ha elaborado un protocolo de actualización y mantenimiento de estos listados.

3.3. Becas.

En el 2005 se han concedido 4 Ayudas para asistencia al congreso HPLC 2005 (Estocolmo, 26-30 de Junio) y 28 Becas para asistencia a las 11as Jornadas de Análisis Instrumental (JAI2005). De éstas últimas, Expoquimia ha contribuido con el pago de 14 Inscripciones a nuestros Socios.

3.4. Varios.

- En Octubre, se ha registrado para nuestra Asociación el dominio "es" de Internet, según lo dispuesto en el nuevo Plan Nacional de Dominios.
- Se ha actualizado la Hoja de Inscripción, con el fin de incluir datos de los Socios exigidos por la nueva normativa de Asociaciones: el número del D N I. y pregunta sobre la posible difusión de algunos datos (apellidos, nombre y número de Socio) en la Página Web.

4. Informe de la Tesorera.

4.1. Estado actual de las Cuentas de la Asociación.

La Tesorera informa sobre las cuentas de la Sociedad, cuyo saldo a finales de 2005 es positivo.

4.2. Se presenta el balance económico de la "IV Reunión Científica de la SECyTA" (Boadilla del Monte, 2004) que se ha cerrado con un saldo positivo.

4.3 Empresas colaboradoras.

Se han incorporado como nuevas Empresas: *Bruker Española, S.A., Symta, S.A.L. y Konik-Tech*. Se han recuperado las Empresas: *Ingeniería Analítica, S.L. y Gilson International, B.V.* y se han perdido: *Hucoa Erloss, S.A. y Alfaquimia*. Por otra parte, se ha incorporado a la publicidad del Boletín la Empresa *Konik-Tech*.

Finalmente, la Tesorera comunica que se existen Protocolos para todas las Tareas de Tesorería: Contabilidad, Facturación, IVA, IRPF, etc.

5. Elecciones.

Los resultados correspondientes a la votación fueron los siguientes:

Votos emitidos: 70

Votos nulos: 0

Reparto de los votos emitidos:

Cargo	Candidato	Votos
Vicepresidente:	Dña. Yolanda Picó García	65
Tesorero:	Dña. Begoña Jiménez Luque	68
Vocales:	Dña. Ana Agüera López	66
	Dña. Coral Barbas Arribas	67
	D. Félix Hernández Hernández	63
	D. Miguel Ángel Pérez Alonso	63

En consecuencia, se han cubierto todos los cargos sujetos a renovación en este año.

El Presidente agradece a todos los Socios que han dejado su cargo su dedicación y ayuda a la Asociación y da la bienvenida a los nuevos cargos elegidos para constituir la nueva Junta de Gobierno.

6. Ruegos y preguntas.

Se pide, por parte de algunos Socios presentes en la Sala, que, con el objeto de mantener la memoria histórica de la SECyTA (recordando su formación a partir del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines, GCTA), en las próximas convocatorias de la Asamblea General de la SECyTA se indique, junto al número de la Asamblea en curso, el que correspondería a las Reuniones del GCTA.

NUEVOS SOCIOS

González Crevillén, Agustín
C/ Rufino Blanco, nº 9B, 9º B
19003 GUADALAJARA

Peláez Lorenzo, Cristina
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
C/ Juan de la Cierva, nº 3
28006 MADRID

Braña Magdalena, Ana
Avda. Pio XII, nº 30, esc. izqda, 6º C
31008 PAMPLONA

Cardelle Cobas, Alejandra
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)
C/ Juan de la Cierva, nº 3
28006 MADRID

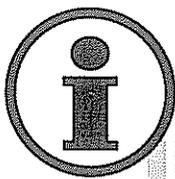
Rodríguez Meizoso, Irene
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)
C/ Juan de la Cierva, nº 3
28006 MADRID

Altaki Kajuj, M. Soubhi
Departamento de Química Analítica
Universidad de Barcelona
Avda. Diagonal, nº 647
08028 BARCELONA

Losada Rivas, Sara Mª
Departamento de Química Analítica
Universidad de Barcelona
Avda. Diagonal, nº 647
08028 BARCELONA

Gallart Ayala, Héctor
Departamento de Química Analítica
Universidad de Barcelona
Avda. Diagonal, nº 647
08028 BARCELONA

Aguilar Anguera, Carme
Avinguda dels Països Catalans, 128, 5-1
43205 REUS (Tarragona)



Coming with some fresh ideas about liquid separations

29th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques
Stockholm (Sweden), June 26th-30th, June 2005

Rosa Busquets-Santacana¹, Angel-Luis Huidobro-Peraf², Pilar Lara-Quintana³, Gabriel Vivó-Truyols⁴

¹Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, University of Barcelona (Barcelona, Spain)

²Faculty of Pharmacy, University San Pablo CEU (Madrid, Spain)

³Institute of Organic Chemistry, CSIC (Madrid, Spain)

⁴Van't Hoff Institute for Molecular Sciences, University of Amsterdam (Amsterdam, The Netherlands)

Back to Europe, the HPLC symposium (29th edition) was held in Stockholm between June, 26th and 30th 2005. This is the second time that the greatest symposium in liquid separation techniques takes place in the capital of Sweden (the conference was held there also in 1989).

This year HPLC'05 established quite a benchmark in the amount of participation (more than 1000 delegates), and scientific communications (around 650 posters and more than 80 lectures), which can be viewed as a sign of the growing interest of the international scientific community for doing research in liquid separations. The meeting received also a high interest from commercial companies: almost all the important firms related with the field were present, occupying a large exhibition area. Some of the new developments were the Ultra-high performance liquid chromatography, nano-separations, the new stationary phases and novel detectors, as the charged aerosol detector.

The scientific community is today perfectly aware that chromatography is going to play a key role in the science of the 21st century. As prof. Lindner said in his speech during the reception at the city-hall (the same place that holds the Nobel-prize dinner each year). "What would be our world without chromatography?" From our personal point of view, this question can be formulated not only by chromatographers, but also by scientists, and, moreover, by the society in general.

Spain deserved also a special attention. we were the fourth country regarding to the number of delegates (65), after Sweden (225), USA (131) and Germany (74). This fact reflects the growing interest of the Spanish scientific community on this field of research. Four poster presentations with Spanish participation were included in the top-15 best

Algunas nuevas ideas sobre separaciones en fase líquida



De vuelta a Europa, el congreso HPLC (29ª edición) tuvo lugar en Estocolmo entre el 26 y el 30 de junio del presente año. Ésta ha sido la segunda vez que el congreso más importante de separación en fase líquida ha sido acogido en la capital de Suecia (el congreso también se celebró allí en 1989).

Este año, HPLC'05 ha alcanzado un récord de participación (más de 1000 asistentes), y de comunicaciones científicas (alrededor de 650 posters y más de 80 presentaciones orales), lo cual es indicativo del creciente interés de la comunidad científica internacional por la investigación relacionada con separaciones en fase líquida. Este aumento también se reflejó en la presencia de casas comerciales, que ocuparon un espacio casi equivalente al área destinada a las comunicaciones en forma de póster. Algunas de las novedades más importantes fueron la UPLC, las nano-separaciones, las nuevas fases estacionarias y nuevos detectores, como el charged aerosol detector.

Actualmente, la comunidad científica es consciente del importante papel que la cromatografía va a tener en la ciencia del siglo XXI. Citando las palabras que el profesor Lindner pronunció en su discurso durante la recepción en el ayuntamiento (la misma ubicación donde se celebra la cena anual de los premios Nobel): "What would be our world without chromatography?". Desde nuestro punto de vista, esta pregunta puede ser formulada no solo por cromatografistas sino por científicos de otros ámbitos y por la sociedad en general.

España ha merecido una atención especial: hemos sido el cuarto país por lo que hace al número de participantes (65), después de Suecia (225), Estados Unidos (131) y Alemania (74). Este hecho pone de manifiesto la importan-



poster awards. We want to make a special mention to two of these posters whose authors are members of our society (SECyTA): "Kinetic measurements of beta-lactoglobulin adsorption on a polyclonal antibody immobilized on a large pore chromatographic support" presented by Angel Puerta (CSIC) and "Influence of red wine on the formation of heterocyclic amines in fried chicken", presented by Rosa Busquets (University of Barcelona). The winners were H. Kanazawa et al. from Tokyo Women's Medical University with a communication entitled "Separation of probe substrates of Cytochrome P450 using temperature responsive chromatographic system"

This significant increment in participation also meant a tremendous effort for the organisers: congratulations for the excellent job performed by prof. D. Westerlung (Chairman), the local organising committee (specially the Swedish academy of Pharmaceutical Sciences), and the International Scientific Committee. Both the logistics and the scientific parts were magnificently conducted.

As prof. Schoenmakers says: "analytical disciplines are key for development in science, and it is irrelevant if the main drive is a technology-push from analytical sciences or an application-pull from the application areas". Indeed, this synergy is reflected by the demand from other research areas, such as the so-called "-omics" (e.g., genomics, proteomics, metabo(l)nomics) to develop more powerful separation methods. One could notice the relevant attention paid to proteomics and metabolomics (several sessions of oral lectures). It is not also by chance that, among the top-five topics of the symposium, four of them (Drugs in biological materials, Environmental analysis, Food analysis and Pharmaceutical analysis) were just application areas.

During the symposium, we could see some emerging "hot topics" that undoubtedly will become important fields of research in the next years (if this stage is not achieved yet). Among others, *n*th-dimensional chromatography, new stationary phases, miniaturisation technology and ultra-performance liquid chromatography deserve a special mention. Far beyond from the discussion if this is a "technology-push" or an "application-pull", two common denominators seem to govern all these new research fields: a demand in increased separation power and faster separation methods. Both (almost contradictory) goals seem to be the main challenges for the immediate future. The former demand seems to turn around the concept of an increment in peak capacity, which can be gained with *n*th-dimensional or high-pressure instruments. For the latter, the design of new stationary-phases (e.g., monoliths) or the use of miniaturised devices (nanotechnology) seem to become emerging fields of research. Behind that, chemometrics will be always a valuable tool to convert the significant amounts of data in information, and moreover, in knowledge.

cia de la investigación española dedicada al desarrollo de nuevos métodos analíticos en general, y en la en técnicas de separación en particular. De hecho, cuatro presentaciones en forma de poster con participación española fueron incluidas en la clasificación de los 15 mejores. Queremos hacer especial mención a dos de estos pósters cuyos autores son miembros de nuestra sociedad (SECyTA): "Kinetic measurements of beta-lactoglobulin adsorption on a polyclonal antibody immobilized on a large pore chromatographic support" presentada por Angel Puerta (CSIC) y "Influence of red wine on the formation of heterocyclic amines in fried chicken", presentada por Rosa Busquets (Universidad de Barcelona). H. Kanazawa y colaboradores, del Tokyo Women's Medical University, con su trabajo titulado "Separation of probe substrates of cytochrome P450 using temperature responsive chromatographic system" ganaron el primer premio

El significativo aumento de participación también implicó un enorme esfuerzo para los organizadores. Nuestra enhorabuena por el excelente trabajo realizado al profesor D. Westerlung (Chairman), al comité organizador local, especialmente a la academia sueca de ciencias farmacéuticas, y al comité científico internacional. Tanto la parte logística como la científica fueron organizadas de forma excelente.

Tal y cómo el profesor Schoenmakers mencionó: "analytical disciplines are key for development in science, and it is irrelevant if the main drive is a technology-push from analytical sciences or an application-pull from the application areas". De hecho, esta sinergia se refleja en la demanda de métodos de separación más poderosos desde otras áreas de investigación. Un ejemplo claro lo constituyen las investigaciones en genómica, proteómica, y metabo(l)nomica. En el presente congreso se ha observado una importante atención prestada a proteómica y a metabo(l)ómica (varias sesiones de presentaciones orales). Tampoco es casualidad que de entre los cinco temas principales del congreso, cuatro de ellos (fármacos en materiales biológicos, análisis medioambiental, análisis de alimentos y análisis farmacéutico) corresponden a aplicaciones.

Durante el congreso pudimos ver algunos temas emergentes que indudablemente se convertirán en importantes campos de investigación en los próximos años si es que todavía no lo son. Entre otros campos, la cromatografía *n*-dimensional, la investigación de nuevas fases estacionarias, la miniaturización de dispositivos de separación, y la cromatografía de ultra-elevadas prestaciones (ultra-performance liquid chromatography, UPLC) merecieron una atención especial. Más allá de la consideración de si éstos son "technology-push" o "application-pull", dos son los denominadores comunes que parecen estar debajo de estos campos de investigación: una fuerte demanda en aumentar la capacidad de separación y la reducción del tiempo de análisis. Ambos

The rich and varied social programme was also successful. Having the impressive city of Stockholm (beauty-on-water) as host city certainly helps. Both the reception in the city hall and the symposium dinner contributed to set a relaxed and communicative atmosphere to the symposium. We could appreciate the Swedish hospitality - from midnight sun to midwinter fun"

See all of you in San Francisco (HPLC'06) and/or Ghent (HPLC'07).



objetivos, casi contradictorios, parecen ser los principales desafíos en un futuro inmediato. El primero gira en torno al concepto del incremento de la capacidad del pico, lo cual se puede lograr con la cromatografía 1D o con UPLC. El segundo está relacionado con el diseño de nuevas fases estacionarias, por ejemplo monolíticas, o el uso de dispositivos miniaturizados (nanotecnología) que parecen convertirse en campos de investigación emergentes. Junto con todo esto, la quimiometría será siempre una herramienta valiosa para convertir gran cantidad de datos en información, y, más aún, en conocimiento.

El rico y variado programa social también fue todo un éxito. Hay que tener en cuenta que tener a la elegante Estocolmo como ciudad de acogida ciertamente contribuye a ello. Tanto la recepción en el ayuntamiento como la cena de gala contribuyeron a establecer una atmósfera relajada y comunicativa entre los delegados. Pudimos apreciar una vez más la hospitalidad Sueca (*"from midnight sun to midwinter fun"*).

Esperamos encontraros en San Francisco (HPLC'06) y/o Gante (HPLC'07).

RESEÑA DE LIBROS

Chiral pollutants: Distribution, Toxicity and Analysis by Chromatography and Capillary Electrophoresis.

Imran ALI, Hassan Y. ABOUL-ENEIN
Wiley-VCH Verlag GmbH (Weinheim, Alemania) 2004.
(ISBN: 0-470-86780-9)

La elevada capacidad de resolución de las técnicas cromatográficas y de la electroforesis capilar ha sido aprovechada durante años para la separación de enantiómeros en el campo farmacéutico. La aplicación de estas técnicas a la resolución de los enantiómeros de contaminantes quirales es sin embargo mucho más reciente, si bien ha experimentado un importante desarrollo en los últimos años.

Tras una introducción en la que se resumen los principios de la quiralidad (capítulo 1), este libro proporciona una revisión completa de los diferentes tipos de contaminantes quirales actualmente detectados en la naturaleza, sus fuentes más importantes y sus procesos de distribución y transformación en el medio ambiente (capítulos 2 y 3), así como datos referentes a su toxicidad (capítulo 4). Los aspectos más relevantes a tener en cuenta en las etapas de muestreo y preparación de muestra para análisis de enantiómeros quirales de contaminantes medioambienta-

les se resumen en el capítulo 5. A continuación, se presenta una revisión completa de los avances más interesantes de los últimos años en la determinación de este tipo de compuestos mediante cromatografía de gases (capítulo 6), de líquidos (capítulo 7), con fluidos sub- y super-críticos, electrocromatografía capilar y cromatografía de capa fina (capítulo 8). Los logros más recientes en el análisis de contaminantes quirales mediante electroforesis capilar se presentan en el capítulo 9. Para terminar, el capítulo 10 resume algunos datos interesantes relacionados con las regulaciones vigentes en la actualidad para compuestos quirales en Estados Unidos, Europa y Japón, entre otros países, así como una evaluación del impacto de estas legislaciones sobre la economía. Por último, es importante mencionar que en el libro se describen los tipos, estructuras y propiedades de las fases estacionarias quirales, así como los posibles mecanismos de reconocimiento quiral. También se incluyen ejemplos ilustrativos correspondientes a la aplicación de las diferentes metodologías discutidas en estudios ambientales y una descripción de las posibles tendencias futuras dentro del campo de la resolución de quirales.

Lourdes Ramos
Instituto de Química Orgánica (CSIC)



CALENDARIO DE ACTIVIDADES

ExTech 2006: 8th International Symposium on Advances in Extraction Technique.

6 - 8 Febrero. 2006. York, Gran Bretaña.

Contacto:
Chairman:
Pat Sandra
Conference Secretariat
Ordibo Bvba
Edenlan 26
B-2610 Wilrijk
Bélgica
T +32-58-523116
F +32-58-514575
htc@ordibo.be
www.ordibo.be/htc/index.html

HTC-9: 9th International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Hypheanted Chromatographic Analyzers.

8 - 10 Febrero. 2006. York, Gran Bretaña.

Contacto:
Chairman:
Janusz Pawliszyn
Conference Secretariat
Ordibo Bvba
Edenlan 26
B-2610 Wilrijk
Bélgica
T +32-58-523116
F +32-58-514575
htc@ordibo.be
www.ordibo.be/htc/index.html

Pittcon 2006.

12 - 17 Marzo. 2006. Orlando, Florida, EE.UU.

Contacto:
The Pittsburg Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy
300 Penn Center Blvd., Suite 332, Pittsburgh, Pennsylvania 15235-5503, EE.UU.
T +1 412-825-3220
F +1 412-825-3224
info@pittcon.org
www.pittcon.org

3rd National Environmental Mass Spectrometry Meeting.

11 - 12 Abril. 2006. Chester, Reino Unido.

Contacto:
Peter Baugh
peterbaugh@hotmail.com
www.analyticalmethodologycentre.com

Analytica 2006.

25 - 28 Abril. 2006. Munich, Alemania.

Contacto:
www.analytica-world.com

SBCN 2006: 10th International Symposium on Biochromatography.

26 - 28 Abril. 2006. Lille, Francia.

Contacto:
Symposium Chairman:
Dr. Cécile Cren-Olivé
Université des Sciences et Technologies de Lille
UMR 8009, COM
59655 Villeneuve d'Ascq, France
Fax: 00 33 3 20 43 46 47
sbcn2006@univ-lille1.fr
www.univ-lille1.fr/SBCN2006/

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

Dra. Mercedes Torre
Departamento de Química Analítica e Ingeniería Química
Facultad de Química. Universidad de Alcalá
28871-Alcalá de Henares, Madrid
E-mail: mercedes.torre@uah.es

Cuota año 2006: 30 €

- Señale la casilla correspondiente a la dirección en la que desea recibir la correspondencia.
- Puede efectuar el pago de la cuota del primer año mediante cheque bancario (adjuntándolo a esta solicitud) o mediante ingreso/transferencia a la Cuenta Corriente de "la Caixa" 2100/3739/11/2200059715 (Sociedad Española de Cromatografía y Afines). Debe figurar en el ingreso o transferencia: "ALTA SECYTA + nombre y primer apellido del Socio"
- ¿Autoriza a incluir su correo electrónico en la página Web de la SECyTA? SI NO
(Tache lo que NO proceda)

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

HOJA DE INSCRIPCION

Apellidos Nombre

DNI

Domicilio particular:

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono Correo electrónico

Industria u organización

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono FAX Correo electrónico

DATOS BANCARIOS

Banco/Caja de Ahorros

Sucursal

Dirección Ciudad.....

D.

Con domicilio en

Y con cta. cte. / libreta de ahorro núm. / _ _ _ _ / _ _ _ _ / _ _ / _ _ _ _ _ _ _ _ /

Entidad Oficina D.C. Número de cuenta

en esta Sucursal, ruego a usted se digne dar las órdenes oportunas para que con cargo a dicha cuenta sean abonados los recibos de mi cuota anual de socio que les serán presentados al cobro por la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

Atentamente le saluda,

En a de de 2006

Firma:



EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- AGILENT TECHNOLOGIES
SPAIN, S.L.
Ctra. N-VI, km 18,200
28230 LAS ROZAS (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.
Ronda Can Fatjo, 7-A, 24
Parc Tecnologic del Vallés
08290 CERDANYOLA DEL VALLES (Barcelona)
- KONIK-TECH, S.A.
Avda. Cerdanyola, 73
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)

ASOCIADAS

- AL AIR LIQUIDE ESPAÑA, S.A.
Paseo de la Castellana, 35
28046 MADRID
- BRUKER ESPAÑOLA, S.A.
Av. de Castilla, 2 (P. E. San Fernando)
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- GILSON INTERNATIONAL B.V.
Apartado de Correos, 1075
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- GOMENSORO, S.A.
Aguacate, 15
28044 MADRID
- INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.
Carretera de Cerdanyola, 73
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- IZASA, S.A.
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- MILLIPORE IBÉRICA, S.A.
Avda. Llano Castellano, 13
28034 MADRID
- SCHARLAB, S.L.
La Jota, 86
08016 BARCELONA
- Servicio y Mantenimiento de Técnicas Analíticas,
S.A.L. (SYMTA, S.A.L.)
San Máximo, 31
28041 MADRID
- S.I.A. Enginyers, S.A.
Monturiol, 16, baixos
08018 BARCELONA
- S. E. DE CARBUROS METÁLICOS, S.A.
Av. Matapiñonera, 9
28700 S. SEBASTIÁN DE LOS REYES (Madrid)
- SUGELABOR
Sicilia, 36
28038 MADRID
- TEKNOKROMA
Cami 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 - EUROLAB, S.L.
Polígono Merck
08100 MOLLET DEL VALLÉS
(Barcelona)

Achema 2006.

15 - 19 Mayo. 2006. Frankfurt am Main, Alemania.

Contacto:
Dechema e.V
PO Box 15 01 04,
60061 Frankfurt am Main, Alemania
T +49 69 7564 0
F +49 69 7564 201
achema@dechema.de
www.achema.de

29th International Symposium on Capillary Chromatography.

29 Mayo - 2 Junio. 2006. Riva del Garda, Italia.

Contacto:
Prof. Pat Sandra
Kennedy park 20
B-8500 Kortrijk, Belgium
T +32 56 204960
F +32 56 204859
pat.sandra@richrom.com
http://www.richrom.com/html/io_r_2004.html

3rd GCxGC Symposium.

28 - 30 Mayo. 2006. Riva del Garda, Italia.

Contacto:
Prof. Pat Sandra
Kennedy park 20
B-8500 Kortrijk, Belgium
T +32 56 204960
F +32 56 204859
pat.sandra@richrom.com
http://www.richrom.com/html/io_r_2004.html

ICAS 2006: International Congress on Analytical Sciences.

25-30 Junio. 2006. Moscú, Rusia.

Contacto:
borislvov@rambler.ru and grin@IG5263.spb.edu
fax: +7 (095) 938-20-54
www.icas2006.ru
ICAS2006@geokhi.ru

54th ASMS Conference on Mass Spectrometry

28 Mayo - 1 Junio. Seattle, Washington, EE.UU.

Contacto:
ASMS
2019 Galisteo Street
Building I-I
Santa Fe, NM 87505
Telephone: 505.989.4517
Fax: 505.989.1073
E-mail: office@asms.org
www.asms.org/Default.aspx?tabid=43

HPLC 2006: 30th International Symposium & Exhibit on High Performance Liquid Separations and Related Techniques.

17 - 23 Julio. 2006. San Francisco, CA, EE.UU.

Contacto:
<http://secure.lenos.com/lenos/casss/hplc2006/introduction.htm>



ISLS: XIIth International Symposium on Luminiscence Spectrometry. Detection Techniques in Biomedical, Environmental and Food Analysis.

18 - 21 Julio. 2006. Lugo, España.

Contacto:
Chairman
Dr. Alberto Cepeda
Dpto. Analytical Chemistry, Nutrition and Food Sciences
Faculty of Veterinary - University of Santiago de Compostela
Campus Universitario - 27002 LUGO
T / F +34 982254592
info@lugoisls2006.com
www.lugoisls2006.com/information_register.asp

International Symposium on Chromatography.

21 - 25 Agosto. 2006. Copenague, Dinamarca.

Contacto:
Local Organizing Committee
Department of Analytical Chemistry,
The University of Pharmaceutical Sciences
vanhauen@vanhauen.dk
www.isc06.dk

12th Symposium on Sample Handling for Environmental And Biological Analysis.

18-20 Octubre. 2006. Zaragoza, España.

Contacto:
Chairman:
Dr. Cristina Nerin
Dpto. De Química Analítica
Ed. Torres
Quevedo; Maria de Luna 3
E-50018 Zaragoza, Spain
cnerin@unizar.es

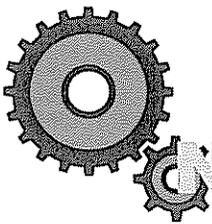
Correspondence:
IAEAC, Mrs. Marianne Frei
Postfach 46
CH-4123 Allschwil 2
Switzerland
phone +41 61 481 2 789
fax + 41 61 482 08 05
iaeac@dplanet.ch

www.iaeac.ch/saha_symposium/saha_info_news.html

23rd LC/MS Montreux Symposium.

8-10 Noviembre. 2006. Montreux, Suiza.

www.iaeac.ch/lcms_symposium/lcms-montreux.html



NOVEDADES TÉCNICAS



Agilent Technologies

Innovating the HP Way

AGILENT OFRECE UN MÓDULO ETD PARA MS CON TRAMPA DE IONES QUE MEJORARÁ SIGNIFICATIVAMENTE LOS RESULTADOS DEL SECUENCIADO DE NOVO Y LOS ANÁLISIS PTM

PALO ALTO, California, 6 de junio de 2005. Agilent Technologies Inc (NYSE: A) anunció hoy un nuevo módulo de disociación por transferencia de electrones (ETD) para su modelo de LC/MSD con trampa de iones XCT Ultra, el más alto de la gama. El nuevo módulo mejorará de forma significativa los resultados de investigaciones proteómicas que emplean secuenciado de novo y análisis de modificaciones postranslacionales (PTM).

ETD es un nuevo método para la secuenciación de péptidos que utiliza un mecanismo diferente para obtener espectros MS/MS y presenta varias ventajas en comparación con la tradicional disociación activada por colisiones (CAD). Los iones se forman fuera de la trampa, lo que permite adquirir el rango completo de masas y elimina la restricción de corte de 1/3 de masas bajas de los análisis con trampa de iones CAD. La fragmentación mediante ETD proporciona una serie completa de iones c y z y una lectura directa de la secuencia de aminoácidos. En estudios PTM, el proceso ETD retiene los centros de fosforilación en los fragmentos peptídicos, facilitando enormemente la identificación de los mismos.

“La opción ETD estará disponible en nuestros nuevos LC/MSD Trap XCT Ultra a principios de 2006”, declaró Taia Ergueta, directora de Agilent para proteómica. “También ofrecemos una vía de actualización para los instrumentos XCT existentes, de modo que esta útil opción de rendimiento esté al alcance de un mayor número de usuarios”.

Acerca de Agilent Technologies

Agilent Technologies Inc (NYSE: A) es la principal compañía de sistemas de medida del mundo y líder tecnológico en las áreas de comunicaciones, electrónica, biociencia y análisis químico. 28 000 empleados atienden a sus clientes en más de 110 países. Durante el ejercicio fiscal de 2004, la facturación neta de Agilent ascendió a 7.200 millones de dólares. Para más información acerca de Agilent, visite la web en la dirección www.agilent.com.

AGILENT TECHNOLOGIES PRESENTA DETECTORES DE DIODOS Y LONGITUD DE ONDA MÚLTIPLE PARA ANÁLISIS DE HPLC ULTRARRÁPIDA

La velocidad de muestreo de 80 Hz aumenta la resolución en un 100%

PALO ALTO, California, 16 de junio de 2005. Agilent Technologies Inc (NYSE: A) presentó hoy un nuevo detector de diodos y un detector de longitud de onda múltiple para cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC). Estos detectores de fotodiodos (PDA) permiten que los laboratorios analíticos eleven significativamente su productividad manteniendo o mejorando la calidad y la seguridad de los datos.

Con una velocidad de muestreo de señales de 20 Hz y una velocidad de muestreo espectral de 10 Hz, los detectores PDA actuales no son suficientemente rápidos para mantener la velocidad de separación que proporciona la LC ultrarrápida, lo que da como resultado anchuras de picos ultrarrápidos inferiores a 0,5 segundos. Para superar esa limitación, el nuevo detector DAD SL Agilent Serie 1100 ofrece múltiples longitudes de onda y detección de espectro completo a una velocidad de muestreo de hasta 80 Hz. En comparación con las velocidades de muestreo de 10 Hz y 20 Hz, el trabajo a 80 Hz eleva la resolución cromatográfica hasta un 100%. El DAD SL permite al mismo tiempo una precisa identificación, cuantificación y análisis de pureza de picos a nivel de trazas con sólo 0,2 segundos de anchura para el cumplimiento de los requisitos de rendimiento dictados por las más estrictas normativas.

“Los nuevos DAD-SL Serie 1100 son reflejo de la estrategia de plataforma abierta de Agilent”, declaró Karlheinz Buederle, director general de soluciones farmacéuticas de Agilent. “Animamos a todos los proveedores de software de laboratorio a implantar el pleno control instrumental para así poder atender con mayor eficacia a nuestros clientes comunes”.

El MWD y DAD SL Agilent Serie 1100 ofrece ventajas adicionales en el campo de la seguridad y la trazabilidad de los datos.

- Su exclusiva funcionalidad de recuperación de los datos evita pérdidas de datos en caso de producirse interrupciones de la comunicación entre el instrumento y el PC. Esa seguridad de que “los datos nunca se pierden” se logra por medio de un almacenamiento intermedio automatizado de los datos de espectro completo en una tarjeta de memoria incorporada al detector.

- Las etiquetas de identificación por radiofrecuencia (RFID) de las celdas de flujo y una lámpara UV proporcionan un nuevo nivel de trazabilidad de los datos. Las etiquetas RFID registran parámetros como los números de producto y serie, la fecha de producción, dimensiones de la celda, duración y uso de la lámpara, así como la fecha de la última prueba satisfactoria de la celda o la lámpara. Esta información se guarda con cada fichero de datos primarios individual.
- Una conexión LAN incorporada conecta directamente el detector con la red local del usuario.

Disponibilidad

Los detectores de diodos SL Agilent Serie 1100 y detectores de longitud de onda múltiple SL Agilent Serie 1100 están ya disponibles ya; se espera que los envíos comiencen a finales de este mes.

Acerca de Agilent Technologies

Agilent Technologies Inc. (NYSE: A) es la principal compañía de sistemas de determinación del mundo y líder tecnológico en las áreas de comunicaciones, electrónica, biociencia y análisis químico. Sus 28.000 empleados atienden a los clientes en más de 110 países. Durante el ejercicio fiscal de 2004, la facturación neta de Agilent ascendió a 7.200 millones de dólares. Para más información acerca de Agilent, visite la web en la dirección www.agilent.com.

AGILENT TECHNOLOGIES PRESENTA MICROARRAYS PERSONALIZADOS HD-CGH PARA DETECTAR CON PRECISIÓN ANOMALÍAS GENÉTICAS RELACIONADAS CON EL CÁNCER

El acceso a 4 millones de sondas CGH validadas permite a los clientes “centrarse” en determinados cambios cromosómicos con una precisión, resolución y flexibilidad sin precedentes

PALO ALTO, California, 18 de agosto de 2005. Agilent Technologies Inc. presentó hoy una plataforma actualizada de hibridación genómica comparativa basada en microarrays (aCGH) que incorpora microarrays CGH de alta definición (HD-CGH). Ahora, los científicos ya pueden diseñar fácilmente sus propios microarrays CGH dirigidos a “puntos calientes” específicos del genoma. Entre las mejoras realizadas en la plataforma se incluyen también reactivos y actualizaciones del software analítico.

La aCGH es uno de los métodos más prometedores de cara a la identificación y caracterización de cambios en el

número de copias de ADN. Agilent domina el mercado de historiales genéticos. Agilent lanzó inicialmente su revolucionaria plataforma de oligonucleótidos (oligo) aCGH en enero de 2005, con un microarray para la identificación de ganancias y pérdidas cromosómicas en todo el genoma en un solo chip. Los nuevos microarrays HD-CGH personalizables se centran ahora en esas aberraciones genómicas

Los nuevos microarrays personalizados HD-CGH y los servicios de diseño de sondas relacionados de Agilent permiten a los investigadores beneficiarse de la base de datos de aproximadamente 4 millones de sondas CGH ya diseñadas y validadas informáticamente de Agilent para realizar un mapeado por mosaico de alta resolución de las regiones de interés con una resolución de 10 a 100 veces más elevada. Esto permite a los clientes detectar cambios cromosómicos de difícil o imposible detección utilizando otras plataformas.

En un avance relacionado, Agilent ha actualizado asimismo su microarray CGH del genoma humano con la adición de un nuevo conjunto de sondas basado en la última versión del genoma (NCBI Build 35) para ampliar aún más su cobertura. Este microarray contiene aproximadamente 43.000 sondas oligonucleótidas de 60-mer, empíricamente validadas en múltiples sistemas modelo que incluyen secuencias codificantes y no codificantes con una resolución espacial promedio de 35 kb.

Actualizaciones adicionales de la plataforma: reactivos y software

Los microarrays HD-CGH personalizados y el microarray CGH de genoma humano ya preparado 44B de Agilent forman parte de la plataforma oligo aCGH mejorada, que incluye también nuevos reactivos y un software CGH Analytics actualizado. Agilent ha optimizado las condiciones de ensayo para permitir el uso de muestras de plena complejidad para la detección fiable de cambios en el número de copias de ADN.

El software CGH Analytics es el único sistema informático comercial para explorar visualmente y analizar datos aCGH a partir de experimentos con uno o varios microarrays. La nueva versión (v3.1) ofrece ahora algoritmos de detección de aberraciones mejorados, analiza datos de experimentos replicados o de intercambio de colorantes, filtra los datos no fiables o irrelevantes, compara los resultados obtenidos con múltiples diseños de arrays CGH y permite la visualización contigua de datos CGH y de expresión genética Agilent.

Hay más información disponible acerca de la plataforma oligo aCGH de Agilent en la dirección

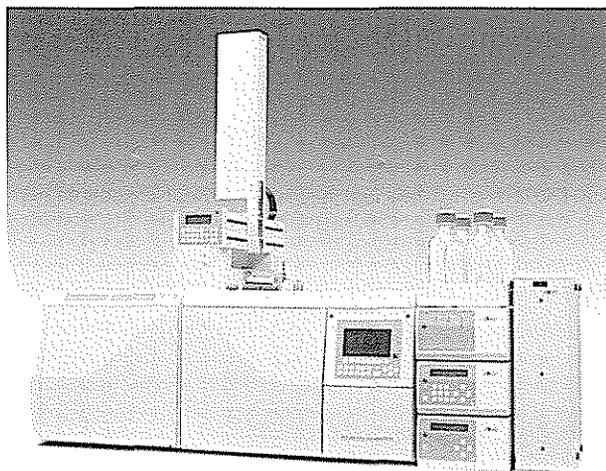


NOVEDADES DE KONIK-TECH PRESENTADAS EN LA EXPOQUIMIA 2005

Las principales novedades que KONIK-Tech ha presentado en la última edición de la EXPOQUIMIA 2005 (Barcelona, 14-18.11) son las siguientes:

KONIK K2 MS Q12: LA ÚNICA PLATAFORMA ANALÍTICA

Flexibilidad y modularidad ilimitada. Construya su analizador a medida y por partes. Empiece con el básico HPLC+HRGC K2. Añada un detector de masas MS Q12 EI/CI. Añada al GC un Automuestreador ROBOKROM GC/P&T/SHS/THD/SPME. Añada la fuente opcional LC-MS al detector de masas y/o la sonda DIP/DEP para sólidos y líquidos puros. Añada un segundo ROBOKROM LC/SPME LC al HPLC.



HPLC+HRGC/MS KONIK K2Q12: La nueva dimensión en análisis molecular

El nuevo paradigma en Cromatografía ultra-rápida. Ningún otro GC del mercado combina nuestras especificaciones: horno de máxima precisión, control electrónico de flujos y control remoto del equipo.

LOS NUEVOS HPLC 550 A Y HPLC 600 A

Elija el HPLC en formato torre o en un solo chasis. Isocrático o Gradientes de Bajas Presión. Hasta 6 disolventes. Programación de temperatura del horno. Conmutación automática de columnas y detectores.

Además, en la 11 edición de las JAI, ha presentado en trabajo de título "EVALUATION OF THREE AUTOMATED SAMPLE PREPARATION TECHNIQUES, STATIC HEADSPACE, DYNAMIC HEADSPACE (PURGE & TRAP) AND SOLID PHASE MICROEXTRACTION COUPLED TO GC-MS FOR THE DETERMINATION OF FLAVORS IN BEVERAGE".

Para más información acerca de nuestros productos y aplicaciones visite nuestra web (www.konik-group.com) o contacte nuestro Laboratorio de Aplicaciones en applications.lab@konik-group.com



GOMENSORO S. A. PATROCINA EL PREMIO DE QUÍMICA ANALÍTICA DE LA REAL SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUÍMICA

El día 15 de noviembre se celebró el día de la Química en España y se entregaron en el marco de Expoquimia 2005 en Barcelona los premios Nacionales de Química e Investigación.

Este año Gomensoro en su afán de contribuir al desarrollo de la Ciencia en nuestro país ha patrocinado el Premio de Química analítica que ha recaído en el Prof. Dr. Jesús Hernández Méndez, Catedrático de Química Analítica de la Universidad de Salamanca.

La entrega del premio se efectuó por parte de la empresa Gomensoro por D. Miguel Ángel Maestre Director General de la misma en el Auditorio del Palacio número 1 del recinto ferial Gran Vía de Fira de Barcelona a las 12:00 horas.



Thermo

ELECTRON CORPORATION

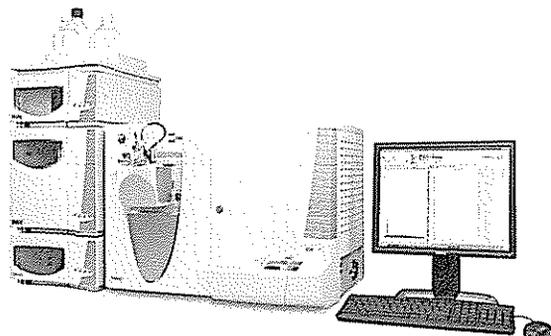
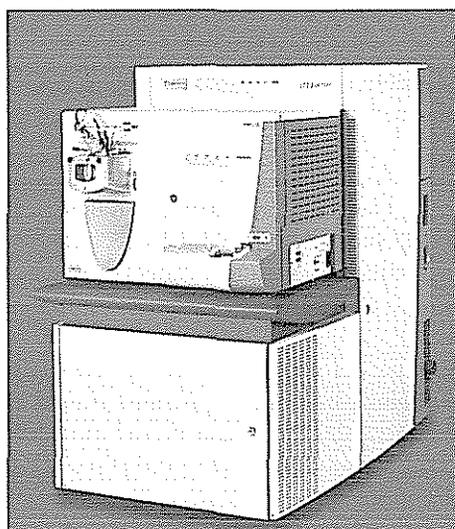
THERMO ELECTRON PRESENTA UNA NUEVA TECNOLOGÍA REVOLUCIONARIA EN ESPECTROMETRÍA DE MASAS PARA ANALIZAR MOLÉCULAS PEQUEÑAS

Thermo Electron Corporation (NYSE:TMO) presenta el nuevo Finnigan™ LTQ™ Orbitrap, un espectrómetro de masas híbrido que ofrece las más altas prestaciones para analizar moléculas pequeñas: investigación de nuevos fármacos, proteómica, identificación de metabolitos y metabolómica. El LTQ Orbitrap es el primer analizador de masas totalmente nuevo y realmente revolucionario introducido en el mercado en los últimos 20 años.

Combinando la tecnología Orbitrap patentada con la exitosa trampa lineal Finnigan™ LTQ, el LTQ Orbitrap permite análisis más rápidos, más sensibles y una detección e identificación más fiable de muestras complejas. Los resultados demuestran que su excelente exactitud de masa, resolución y alta sensibilidad en análisis de rutina, así como su capacidad para realizar experimentos MS/MS /MSn lo convierten en una alternativa clara a los sistemas de Tiempo de Vuelo híbridos actuales.

El nuevo LTQ Orbitrap estará expuesto en el Pabellón 2, Stand D820 de Expoquimia 2005, Barcelona, Spain, del 14 al 18 de Noviembre.

Más información en www.thermo.com/ltqorbitrap
E-mail: analyze.es@thermo.com



THERMO ELECTRON PRESENTA EL NUEVO ESPECTRÓMETRO DE MASAS DE TRAMPA IÓNICA LINEAL FINNIGAN™ LXQ™

Thermo Electron Corporation (NYSE:TMO) presenta el nuevo Finnigan™ LXQ™, un nuevo espectrómetro de masas de trampa iónica lineal asequible que ofrece altas prestaciones, fiabilidad y soporte para aplicaciones, a todos laboratorios analíticos, donde maximizar la productividad sea clave. El LXQ proporciona velocidad y sensibilidad superiores a las trampas iónicas 3D unido a la robustez que las trampas iónicas de Finnigan han demostrado durante años.

“El Finnigan LXQ, no sólo amplía nuestra premiada familia de espectrómetros de masas de trampa iónica, sino que acerca las prestaciones de la tecnología 2D, a muchos laboratorios que la encontraban fuera de su presupuesto” declara Iain Mylchreest, Vicepresidente de Espectrometría de Masas de Thermo. “Ahora muchos laboratorios tienen con el Finnigan LXQ una opción atractiva para análisis de nuevos fármacos y proteómica”.

La tecnología de trampa iónica patentada del Finnigan LXQ proporciona tiempos de barrido completo más cortos y una mejorada manipulación de los iones lo que se traduce en una sensibilidad superior y unos espectros de MSn de alta calidad, para una identificación estructural segura.

“El LXQ estará expuesto en el Pabellón 2, Stand D820 de Expoquimia 2005, Barcelona, Spain, del 14 al 18 de Noviembre.

Más información en www.thermo.com/lxq
E-mail: analyze.es@thermo.com

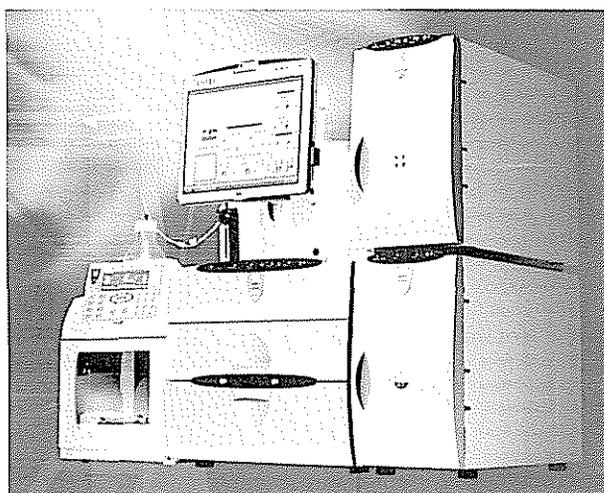


VERTEX

Technics S.L.

DIONEX INTRODUCE UNA NUEVA REFERENCIA EN CROMATOGRAFÍA: EL SISTEMA ICS 3000 RFIC

Dionex introduce su nuevo sistema de cromatografía iónica Reagent-Free, el ICS-3000. El ICS-3000 combina la flexibilidad de un sistema modular con la ventaja y utilidad de un sistema compacto. Las innovaciones que encontramos en todos sus módulos no hacen más que aumentar la productividad, expandir su capacidad e incrementar el rendimiento.



Podemos escalar el sistema modular ICS-3000 de forma fácil y económica, para así llevar a cabo análisis dobles sin tener que "doblar" el equipo o requerir un segundo automuestreador. Esta capacidad dual se puede utilizar durante una sola aplicación o mientras se realizan dos análisis de muestra diferenciados (como por ejemplo determinaciones de aniones y cationes).

Los nuevos módulos, cada uno con su nuevo y moderno aspecto externo, proporcionan un acceso cómodo y ágil a los comandos y componentes principales, haciendo que reconfiguraciones o mantenimiento sean tareas cada vez más sencillas. La química inerte de los tubos y conexiones, permite soportar pHs extremos al tiempo que las muestras sensibles quedan protegidas de cualquier posible contaminación metálica.

Un panel de toque sensible montado sobre la base de un PC, y con un brazo móvil le confiere las características de una central de comando para control total, a la vez que ahorramos espacio, siempre escaso, espacio que ocuparía cualquier central de cromatografía para tratamiento de datos.

Las innovaciones que encontramos en todos sus módulos permiten aumentar la productividad, expandir su capacidad e incrementar el rendimiento. El automuestreador combina un sistema aleatorio de acceso a la muestra y la química inerte de tubos y conexiones, con nuevas capacidades de concentración, carga y eliminación de la matriz. El módulo de la bomba (disponible en configuración sencilla o doble) proporciona un flujo libre de pulsos y preciso y una monitorización de los pistones.

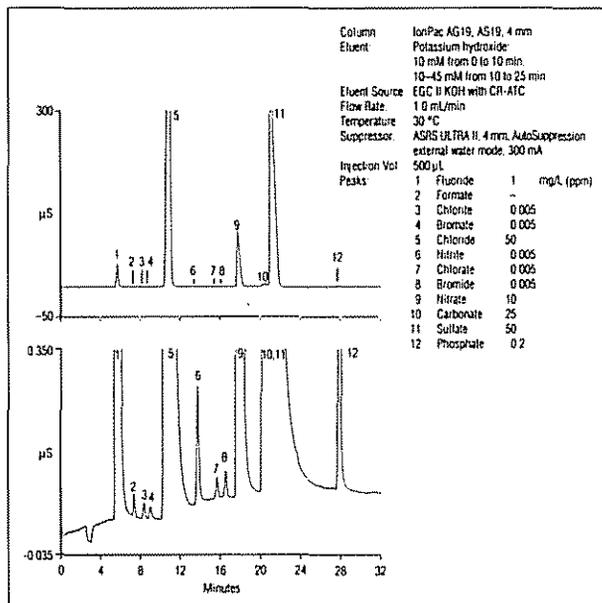
El ICS-3000 RFIC, con el módulo Generador de eluyentes EG, convierte el agua desionizada en eluyentes de alta pureza, para obtener finalmente resultados precisos y fáciles de realizar.

El nuevo EG no sólo permite cromatografía iónica en gradiente con eluyentes con base de hidróxido, sino que además capacita llevar a cabo aplicaciones con eluyentes de carbonato y bicarbonato.

El módulo detector controla de forma precisa la temperatura de las columnas, válvulas y detectores, aumentando con ello la estabilidad y sensibilidad a la vez que permite acceder a cualquier parte de la ruta que la que circula la muestra. Su sistema innovador de ubicación hace que el módulo pueda ser sustituido, intercambiado o simplemente retirado.

Un sistema opcional de comprobación automática facilita la manipulación pre y post columna, preconcentración, eliminación de la matriz, adición de reactivo postcolumna. Se pueden mantener hasta 5 temperaturas separadas (separación de sección, sección de detección, 2 células de detección y coil de reacción), proporcionando una máxima flexibilidad a cada aplicación.

También encontramos innovaciones en el sistema electroquímico de detección. Podemos cambiar las formas de onda durante una inyección de muestra para optimizar con ello las condiciones óptimas de detección para analitos individuales, al tiempo que las medidas de señal se pueden recoger en una base tridimensional de datos para caracterización final de los compuestos. La amperometría 3-D enriquece la parte relacionada con los datos cromatográficos previamente obtenidos con técnicas de detección espectroscópica tales como fotodiodo array UV/Vis, absorbancia y espectrometría de masas.



Dionex es el líder mundial en cromatografía iónica y una compañía líder en cromatografía líquida. Dionex fabrica columnas para IC y HPLC, instrumentación para IC y HPLC, siempre acorde con los requerimientos que marca la ISO 9001

Contacte con **VERTEX Technics** para mayor información. **VERTEX Technics** es el distribuidor de **DIONEX** en España.

Of. Barcelona: 93 223 33 33
 Of. Madrid: 91 324 00 14
 Of. Bilbao: 94 447 19 99
 Of. Valencia: 96 135 21 91
 Of. Vigo: 98 670 00 72

* * * * *

**IMPRESO DE SOLICITUD
DE AYUDAS PARA ASISTENCIA A CONGRESOS**

DATOS PERSONALES DEL SOLICITANTE:

Apellidos: _____

Nombre : _____

DNI o pasaporte: _____

Dirección postal del Centro de Trabajo:Centro de Trabajo: _____

Calle o plaza: _____ nº: _____ letra: _____

Localidad: _____ CP: _____ Provincia: _____

Teléfono: _____ Fax: : _____

Correo electrónico: _____

SOLICITA:

AYUDA para asistencia al CONGRESO/REUNIÓN _____

_____ organizado por _____

_____, que se celebra en _____

_____ durante los días _____ de _____ del 200__.

según las condiciones que figuran en el Anexo.

DATOS DE LA COMUNICACIÓN QUE SE PRESENTA:

Título: _____

Exposición Oral

Exposición Cartel

OTRAS SUBVENCIONES:

¿Se han solicitado otras ayudas para la asistencia al Congreso?

SI

Cite cuáles: _____

NO

DOCUMENTACIÓN QUE SE ADJUNTA:

Carta del Director de Tesis, Proyecto o del Grupo de Trabajo, certificando los puntos 1.1 a 1.3 del Anexo.

Justificante de aceptación de la Comunicación que se presenta al Congreso

Currículum Vitae del solicitante.

Otros que considera de interés (especificar):

* _____

* _____

* _____

_____, ____ de _____ de 200__

Fdo.: _____

**IMPRESO DE SOLICITUD DE AYUDAS PARA
ASISTENCIA A LAS REUNIONES CIENTÍFICAS DE LA SECyTA****DATOS PERSONALES DEL SOLICITANTE:**

Apellidos: _____

Nombre: _____

DNI o pasaporte: _____

Dirección postal del Centro de Trabajo:

Centro de Trabajo: _____

Calle o plaza: _____ nº: _____ letra: _____

Localidad: _____ CP: _____ Provincia: _____

Teléfono: _____ Fax: _____

Correo electrónico: _____

DATOS DE LA COMUNICACIÓN QUE SE PRESENTA:

Título: _____

 Exposición Oral Exposición Cartel**OTRAS SUBVENCIONES:**

¿Se han solicitado otras ayudas para la asistencia al Congreso?

 SI

Cite cuáles: _____

 NO**DOCUMENTACIÓN QUE SE ADJUNTA:** Carta del Director de Tesis, Proyecto o del Grupo de Trabajo, certificando los puntos 1.1 a 1.3 del Anexo Justificante de aceptación de la Comunicación que se presenta al Congreso. Currículum Vitae del solicitante. Otros que considera de interés (especificar):

* _____

* _____

* _____

_____, _____ de _____ de 200__

Fdo: _____

ANEXO: CONDICIONES PARA LA CONCESIÓN DE AYUDAS PARA:

LA ASISTENCIA A CONGRESOS/REUNIONES DE CARÁCTER NACIONAL O INTERNACIONAL

(aprobadas por la Junta de Gobierno de la SECyTA en sesión celebrada el 30 de junio de 2004)

1. Requisitos generales para optar a una beca concedida por la SECyTA.

- 1.1. Ser miembro de la SECyTA.
- 1.2. Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o Trabajo de Investigación en un Centro de Investigación.
- 1.3. El solicitante no debe disponer de un contrato laboral estable.

2. Para asistencia a Reuniones de la SECyTA.

- 2.1. Se establece la posibilidad de conceder un máximo de 2 Becas por Investigador Senior (socio de la SECyTA) inscrito a la Reunión y que avala los requisitos del punto 1.

3.- Para asistencia a Reuniones Internacionales.

- 3.1. Ser miembro de la SECyTA con una antigüedad superior a 1 año.
- 3.2. Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o Trabajo de Investigación (como mínimo, en su segundo año) en un Centro de Investigación.
- 3.3. No haber disfrutado de otra beca semejante concedida por la SECyTA durante la realización del Trabajo de Investigación.
- 3.4. Se establece la necesidad de que se trate de Congresos relacionados con el fin de la SECyTA o bien que la SECyTA figure como colaboradora o coorganizadora del Congreso.
- 3.5. El Solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en español y en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la Página Web de la Sociedad. Si se han concedido distintas becas, deberán preparar un informe conjunto.

LA ASISTENCIA A CONGRESOS/REUNIONES ORGANIZADOS POR LA SECYTA

1. Requisitos generales para optar a una beca concedida por la SECyTA.

- 1.1. Ser miembro de la SECyTA.
- 1.2. Encontrarse realizando la Tesis Doctoral o Trabajo de Investigación en un Centro de Investigación.
- 1.3. El solicitante no debe disponer de un contrato laboral estable.

2. Para asistencia a Reuniones de la SECyTA.

- 2.1. Se establece la posibilidad de conceder un máximo de 2 Becas por Investigador Senior (socio de la SECyTA) inscrito a la Reunión y que avala los requisitos del punto 1.

En cualquiera de los casos, las solicitudes deben enviarse a la SECRETARIA de la SECyTA, a la siguiente dirección postal:

*Dra. Mercedes Torre Roldán
Dep. Química Analítica e Ingeniería Química
Facultad de Química, Campus Universitario
Universidad de Alcalá
28871 Alcalá de Henares, Madrid
o a la siguiente dirección de correo electrónico: mercedes.torre@uah.es*



La gama más completa de gases, materiales y servicios específicos para análisis e investigación.

Pensando en las necesidades específicas de los laboratorios, Air Liquide ofrece con la Gama Alphagaz, una oferta totalmente adaptada a los requerimientos de pureza de la cadena analítica.

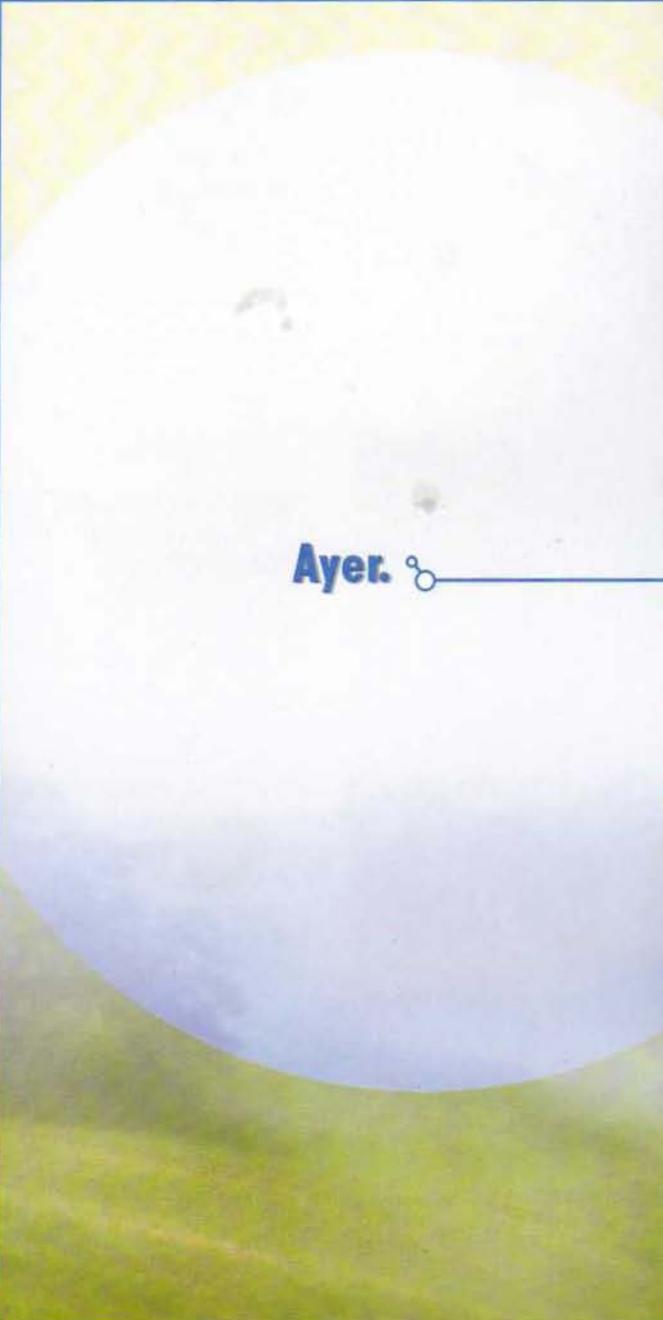
Los gases puros y mezclas, los materiales e instalaciones, así como los servicios de la Gama Alphagaz, son la mejor solución para instrumentación analítica e investigación, a partir de la gestión, el mantenimiento y el control de todos los sistemas por parte de Air Liquide.

Air Liquide contribuye a la fabricación de múltiples productos de nuestro día a día y a la preservación de la vida, dentro de una gestión de desarrollo sostenible, gracias a soluciones innovadoras basadas en las últimas tecnologías.



Gases de pureza garantizada en su laboratorio

Waters

Ayer. 

 Hoy.

Acquity

Ultra Performance LC

Presentamos el nuevo sistema Waters® ACQUITY Ultra Performance Liquid Chromatography™ (UPLC™). Ultra rapidez, ultra sensibilidad y ultra resolución que rebasan los límites de la HPLC de hoy para entrar en un nuevo dominio de ultra productividad y ultra prestaciones. Basada en los mismos principios fundamentales que la HPLC la UPLC™ permite expandir las aplicaciones de la cromatografía líquida a extremos no imaginados hasta ahora. Ya es posible ver más claro. ACQUITY UPLC™ de Waters: más confianza en los resultados.

Visite www.ultraperformance.com



For Complete  Confidence

Waters Cromatografía, S.A.

Ronda de Can Fatjó 7A • Parc Tecnològic del Vallès • 08290 Cerdanyola del Vallès

Tel. 936 00 93 00 • Fax 936 00 93 60

Avenida de Europa, 21 • Parque Empresarial La Maraleja • 28810 Alcobendas

Tel. 912 03 91 00 • Fax 916 61 08 55

www.waters.com • eMail spain@waters.com

© 2004 Waters Corporation. Waters, ACQUITY Ultra Performance Liquid Chromatography y UPLC son marcas registradas de Waters Corporation.