

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

BOLETIN DE LA SECYTA
VOLUMEN 34 NÚM. 1 (2013)
34
WWW.SECYTA.ORG



XIII Reunión de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines

Tenerife, Islas Canarias
8-11 de octubre de 2013

Webpage : www.secyta2013.ull.es



PATROCINADORES ORO



PATROCINADORES PLATA



CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, Junio de 2013 Vol. 34, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

2	EDITORIAL
	ARTÍCULO
3	Cromatografía de líquidos bidimensional completa (LC x LC) – aplicaciones en análisis de alimentos. <i>Lidia Montero, Miguel Herrero.</i>
	NOTICIAS DE LA SECyTA
20	XIII Reunión científica de la SECyTA (42ª Reunión científica del GCTA)
25	Nuevos socios
	INFORMACIONES
27	Congresos celebrados
28	Calendario de actividades
	INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA
29	Artículos de interés
	DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS
33	Novedades técnicas
	NORMATIVA DE CONCESIÓN DE AYUDAS PARA LA ASISTENCIA A CONGRESOS

Redacción: María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)
Ana Cristina Soria Monzón (acsoria@iqog.csic.es)
Instituto de Química Orgánica General (CSIC).
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91 562 29 00
Fco. Javier Moreno (javier.moreno@csic.es)
José Ángel Gómez Ruiz (joseangel.gomez.ruiz@csic.es)
Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC-UAM).
Nicolás Cabrera 9, 28049 Madrid. Tel. 91 001 79 00

Publicidad: Mario Fernández (mario@iqog.csic.es)
Instituto de Química Orgánica General (CSIC).
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91 562 29 00

Colaboradores: G.P. Blanch

Depósito legal: M-1902-1975

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

Diseño de portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

Como presidenta de la SECyTA quiero empezar este editorial enviando unas palabras de ánimo a todos los socios por los momentos tan complicados por los que estamos atravesando, que tanto están afectando a la comunidad científica y a la empresarial. Quiero y deseo que esta crisis económica pase lo antes posible y que todos podamos celebrarlo en un futuro muy próximo.

Desde aquí quiero felicitar a nuestra secretaria, Belén Gómara Moreno, y a nuestro tesorero, Jordi Díaz Ferrero, por la enorme labor realizada para conseguir un listado único y actualizado de todos los socios activos de la SECyTA. Esto redundará en una mayor efectividad en la comunicación con los socios, en la gestión del cobro de las cuotas anuales y en el envío de los números del Boletín correctamente, llegando la información de la Sociedad a todos sus socios y disminuyendo las devoluciones tanto de cuotas como de boletines.

En la vida de la Sociedad de Cromatografía y Técnicas Afines, las reuniones anuales son una de las actividades más importantes ya que permiten el encuentro con los socios, el intercambio de opiniones, la presentación de las innovaciones más interesantes en el campo de las técnicas de separación, además de contar siempre con una gran participación de jóvenes investigadores que, en algunos casos, son nuevas incorporaciones a nuestra Sociedad. En este sentido, la **XIII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA2013)** se celebrará del 8 al 11 de octubre de 2013 en el Puerto de la Cruz, Tenerife. Miguel Ángel Rodríguez, de la Universidad de La Laguna (ULL), y Alejandro Cifuentes, del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), son los organizadores del evento y están realizando un enorme esfuerzo para que el programa científico y el de actividades sociales os sean a todos realmente atractivos.

La Reunión estará estructurada en cuatro días, con conferencias plenarias y presentación de comunicaciones orales, así como sesiones de carteles, seminarios de venta y exposición comercial. Las sesiones incluirán los últimos desarrollos teóricos e instrumentales, acoplamientos, técnicas ómicas, así como nuevos tratamientos de muestra y sus aplicaciones para el análisis clínico, farmacéutico, medioambiental y de alimentos, entre otras.

En esta ocasión la reunión tiene varios alicientes adicionales. Uno de ellos es que, por primera vez, está conectada al **20th International Symposium on Electro- and Liquid Phase-Separation Techniques (ITP2013)** que se celebrará en el mismo lugar entre el 6 y el 9 de octubre de 2013, lo que hará posible que aquéllos que lo deseen puedan combinar la asistencia a ambos congresos de una manera muy asequible. El otro, es su lugar de celebración, Tenerife, que además de tener un clima óptimo durante todo el año, posee un entorno natural y unos paisajes únicos. El programa social incluye una visita al Parque Nacional de las Cañadas del Teide, Patrimonio de la Humanidad, así como otros eventos sociales para disfrutar de las tradiciones y la gastronomía canaria. Toda la información sobre la reunión la encontraréis en la página web de la SECyTA y en <http://secyta2013.ull.es>.

En el marco de la celebración de la Reunión, el día 10 de octubre, se celebrará la Asamblea General anual, con la particularidad de tener que renovar parcialmente la junta directiva. Quiero desde aquí animaros a participar en este proceso y recordaros lo importante que es para la SECyTA que la XIII Reunión Científica cuente con una elevada participación. En esta ocasión se hará un especial esfuerzo en la dotación económica de las becas concedidas a jóvenes investigadores y, como en ediciones anteriores, se concederán los premios José Antonio García Domínguez, patrocinados por Bruker Española S.A., a las mejores presentaciones científicas orales y carteles. Así mismo, Sigma-Aldrich Química otorgará el accésit "Club de usuarios de SPME" para promover el uso y la innovación de la microextracción en fase sólida.

María José González Carlos
Presidenta de la SECyTA

ARTÍCULOS

Cromatografía de líquidos bidimensional completa (LC × LC) – aplicaciones en análisis de alimentos.

Lidia Montero, Miguel Herrero

Laboratorio de Alimentómica, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL, CSIC),

Nicolás Cabrera 9, 28049 – Madrid

RESUMEN

Actualmente, dentro del análisis de alimentos, se demandan desarrollos analíticos avanzados que sean capaces de proporcionar soluciones efectivas a las dificultades analíticas que se presentan. En este sentido, el empleo de técnicas de separación multidimensionales proporciona una mejora significativa en cuanto al poder de resolución y sensibilidad con respecto a las técnicas monodimensionales. Entre dichas técnicas multidimensionales, la cromatografía de líquidos bidimensional completa (LC × LC) se viene utilizando en diferentes campos de aplicación, puesto que su uso implica importantes ventajas, entre las cuales destacan una mayor capacidad de pico, así como una mejor identificación de compuestos desconocidos, siendo útil, además, para el análisis de muestras muy complejas sin que sea necesario un extenso tratamiento de muestra previo. En esta revisión bibliográfica se presentan algunas de las aplicaciones más relevantes de la LC × LC que se han desarrollado hasta el momento en el ámbito del análisis de alimentos. Además, se describen los diferentes avances instrumentales llevados a cabo con este fin, así como sus potenciales líneas de evolución y desarrollo futuro.

1. INTRODUCCIÓN

El análisis de alimentos incluye comúnmente el estudio de muestras que poseen un elevado grado de complejidad. De hecho, es común encontrar en este campo matrices naturales o alimentos procesados, los cuales deben de ser pre-tratados exhaustivamente de forma que se permita su posterior análisis, empleando alguna de las potentes técnicas de análisis avanzado disponibles hoy en día (González-Curbelo y col., 2012). En este sentido, la cromatografía de líquidos (LC) es una de las técnicas analíticas más ampliamente utilizadas en el análisis de alimentos debido, fundamentalmente, a que permite el análisis de una extensa variedad de compuestos. Así, la LC se utiliza en este ámbito para la separación y determinación de azúcares, lípidos, proteínas y péptidos, vitaminas, así como de otros compuestos minoritarios presentes en la dieta, como compuestos fenólicos u otros pigmentos, pero también para la determinación de aditivos alimenta-

rios y contaminantes, entre otros tipos de compuestos (Herrero y col., 2013). El problema que se presenta hoy en día es que, debido al limitado poder de resolución que son capaces de ofrecer las separaciones monodimensionales, las muestras altamente complejas en ciertos tipos de compuestos deben someterse a extensos procedimientos de preparación de muestra como fase previa a su análisis. Aun así, dichas separaciones monodimensionales pueden no ser suficientemente eficaces para producir un resultado satisfactorio. Adicionalmente, el empleo de procedimientos de tratamiento de muestra complejos tiene algunas claras desventajas, como son el empeoramiento en la reproducibilidad, su laboriosidad, o el aumento significativo de la posibilidad de dar lugar a procesos de degradación de los compuestos implicados en el análisis. Por estas razones, se ha comenzado a extender el uso de técnicas bidimensionales que permiten, en principio, acoplar dos sistemas independientes de separación de forma que se produzca un aumento significativo en el poder de resolución total ofrecido por la técnica en cuestión (Stoll y col., 2010). Este tipo de separaciones pueden ser también potencialmente útiles en desarrollos en los cuales se emplee un enfoque Alimentómico, es decir, en aquéllos en los que se persigue el estudio de los distintos niveles de expresión molecular (transcritos, proteínas y metabolitos) en alimentos o en muestras biológicas relacionadas con las posibles bioactividades de éstos, empleando para ello técnicas -ómicas, como la transcriptómica, la proteómica y la metabolómica (Cifuentes, 2009). Esto es debido a que dentro de estos campos son necesarias potentes técnicas analíticas que sean capaces de proporcionar un gran poder de separación y una identificación más fiable, como los que pueden aportar la LC bidimensional.

Entre los diferentes tipos de procedimientos de separación bidimensional que se han desarrollado involucrando el empleo de separaciones basadas en LC, el uso de la LC bidimensional completa (LC × LC, *comprehensive two-dimensional LC*) es el más favorable. En este tipo de separaciones, dos procesos separativos independientes y consecutivos se acoplan de forma que la totalidad de la muestra en estudio es analizada empleando ambas dimensiones (Tranchida y col., 2004). La primera consecuencia de este acoplamiento es el aumento significativo

en el poder de resolución en relación a una separación monodimensional. De hecho, como se verá posteriormente, mediante el empleo de LC × LC se pueden obtener valores de capacidad de pico, definida como el número máximo de picos resueltos que se pueden encontrar en un espacio cromatográfico, muy superiores a los que podrían conseguirse empleando una sola dimensión (Bedani y col., 2012).

La presente revisión está principalmente enfocada a la descripción de las características teóricas y prácticas básicas involucradas en el empleo de la LC × LC, así como en las principales aplicaciones desarrolladas dentro del análisis de alimentos. Finalmente, los últimos avances llevados a cabo en este ámbito son asimismo destacados y comentados.

2. LC × LC – TEORÍA Y ASPECTOS PRÁCTICOS

Como se ha mencionado anteriormente, un análisis mediante LC × LC es capaz de combinar dos separaciones independientes a través de las cuales se analiza la totalidad de la muestra en estudio (Tranchida y col., 2004). Esta característica principal es la que realmente determina el sistema separativo a utilizar, debido a que se debe buscar un acoplamiento así como unas condiciones de separación en las dos dimensiones utilizadas que sean compatibles con dicho requerimiento. En este sentido, desde los primeros estudios realizados de la LC bidimensional a finales de los años 70 (Erni y Frei, 1978), se han desarrollado diferentes tipos de acoplamientos que permiten llevar a cabo este tipo de separaciones, a partir de unos requerimientos instrumentales básicos que incluyen el empleo de dos bombas independientes, dos columnas, un inyector, una interfase o modulador (que conecta físicamente las dos dimensiones) y un detector.

La principal variable que determina el poder de separación del sistema bidimensional es la naturaleza de los dos procesos separativos empleados. Potencialmente, es posible acoplar dos procesos totalmente diferentes, resultando en un gran número de combinaciones posibles. Los mejores resultados teóricamente se consiguen acoplando dos mecanismos de separación cuya retención no esté correlacionada, de forma que se consiga un acoplamiento lo más ortogonal posible. Por ello, la selección apropiada de las columnas y fases móviles a utilizar es un punto crítico en el desarrollo de métodos por LC × LC (Jandera, 2006). Cuanto menos correlacionadas estén las dos separaciones acopladas, mayor será la capacidad de pico alcanzable en dicho sistema bidimensional (Stoll y col., 2007) ya que, teóricamente, en un sistema no correlacio-

nado en absoluto, la capacidad de pico total (n^2D) será el resultado del producto de las capacidades de pico en cada una de las dimensiones empleadas (n_1 en 1D y n_2 en 2D):

$$n_{2D} = n_1 \times n_2$$

No obstante, el cálculo de este parámetro ha sido objeto de numerosas investigaciones y revisiones bibliográficas con el objeto de acercar la realidad analítica a los valores calculados de forma teórica (Liu y col., 1995; Stoll y col., 2007; François y col., 2009b; Gu y col., 2011; Hajek y col., 2012). Una de las principales modificaciones que se ha considerado es que, incluso si ambas dimensiones no están correlacionadas en absoluto, no todo el plano bidimensional estará ocupado por picos (Gu y col., 2011). Independientemente de los métodos empleados para calcular la capacidad de pico, se debe considerar en todo momento que este parámetro será siempre un valor teórico, que puede ser válido para la comparación de sistemas bidimensionales o para calcular el aumento de la capacidad de separación cuando se pasa de un sistema monodimensional a uno bidimensional, pero que, en todo caso, será un valor difícil (si no imposible) de alcanzar en la práctica.

Algunas combinaciones que pueden dar particularmente buen resultado en términos de ortogonalidad son, por ejemplo, el acoplamiento de una separación en fase normal con otra en fase inversa (NPLC × RPLC), o en ciertas condiciones, el acoplamiento exclusión molecular y fase inversa (SEC × RPLC) o cromatografía de interacciones hidrofílicas y fase inversa (HILIC × RPLC).

No obstante, además de la ortogonalidad de los mecanismos de separación, un punto crítico a tener en cuenta de forma que se pueda sacar provecho de dicho factor es la frecuencia de muestreo del eluyente de la primera dimensión (1D) en la segunda dimensión (2D) (Cesla y col., 2009). Este hecho se debe a que la separación conseguida en la 1D debe ser mantenida en la 2D . Por ello, los tiempos de muestreo deben ser lo más cortos posibles, de tal forma que un pico separado en la 1D se fraccione y analice varias veces en la 2D . Este punto implica directamente la necesidad de llevar a cabo separaciones muy rápidas en la segunda dimensión, de forma que cada fracción de la primera dimensión se pueda analizar rápidamente antes de que se inyecte la siguiente fracción (Jandera y col., 2011). Se han desarrollado diferentes estrategias para abordar este punto crítico, ante todo, variando la interfase o modulador a emplear, dado que es precisamente en este punto, donde se realiza de forma física la transferencia de muestra de la primera a la segunda dimensión.

Entre los diferentes tipos de moduladores que se han empleado hasta el momento, el empleo de una válvula de 10 vías y 2 posiciones equipada con dos *loops* de inyección de idéntico volumen (Figura 1A) es la más frecuentemente utilizada. Dicho volumen viene directamente influenciado por la cantidad de muestra procedente de la ¹D que es necesario recoger durante la duración de un análisis en la ²D. Finalizado dicho análisis, se induce el cambio en la posición de la válvula (modulación) de forma que la conexión de ambos *loops* se intercambia. De esta manera, uno de ellos se utiliza para recoger eluyente de la ¹D, mientras que el otro se mantiene conectado con las bombas de la ²D. Finalizado el análisis en la ²D, la posición de la válvula cambia de nuevo y el *loop* anteriormente cargado con eluyente de la ¹D se conecta con la ²D, introduciendo la muestra almacenada en la segunda columna, mientras que el *loop* contrario pasa a recoger eluyente de la ¹D. De esta forma, los dos *loops* funcionan de forma alternativa permitiendo la recolección e inyección de todo el eluyente de la ¹D. Por tanto, el tiempo de modulación, definido como el intervalo de tiempo entre cambios en la posición de la válvula, debe coincidir con

el tiempo necesario para realizar el análisis completo (análisis y re-equilibrado de la columna en su caso) en la ²D. La puesta en práctica de este sistema requiere de algunos compromisos prácticos, como son el empleo de velocidades de flujo muy bajas en la primera dimensión, con el objetivo de minimizar el volumen de eluyente, mientras que en la segunda dimensión se deben llevar a cabo rápidos análisis, de forma que la recolección de eluyente de la primera dimensión no se dilate en el tiempo (François y col., 2011), aumentando el volumen inyectado en la segunda dimensión, con las complicaciones y desventajas analíticas que ello puede conllevar. Una alternativa al empleo de la válvula de 10 vías es el uso de dos válvulas de 6 vías y dos posiciones acopladas, como se puede apreciar en la Figura 1B. En determinadas ocasiones, y para resolver el potencial problema del aumento de volumen a transferir de la primera a la segunda dimensión, se han desarrollado algunos métodos en los cuales los *loops* son sustituidos por columnas de atrapamiento. No obstante, el desarrollo de estos métodos es complicado debido a que la eficacia de atrapamiento está inversamente relacionada con la velocidad de desorción.

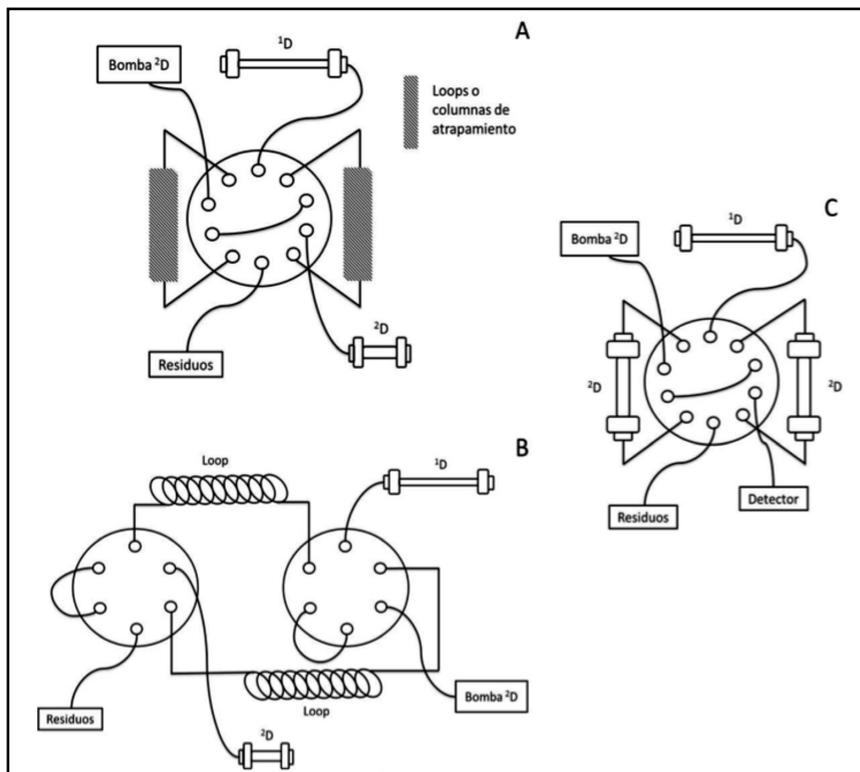


Figura 1. Esquema de algunas posibles combinaciones empleadas en la interfase de sistemas de LC \times LC. A) Válvula de 10 vías y 2 posiciones equipada con dos *loops* o con dos columnas de atrapamiento idénticas; B) Empleo de dos válvulas de 6 vías y 2 posiciones con dos *loops* de inyección idénticos; C) Válvula de 10 vías y 2 posiciones empleando dos columnas en la segunda dimensión de manera alternativa.

Otra estrategia que se ha empleado con éxito es el uso de dos columnas en la segunda dimensión, conectadas en paralelo, que funcionan de forma alternativa (Figura 1C) (François y col., 2011). Esta configuración tiene la ventaja de aumentar el tiempo disponible para el análisis de la segunda dimensión y para la regeneración de la columna, aunque tiene como gran desventaja el hecho de que difícilmente se pueden encontrar dos columnas idénticas, lo que puede generar ligeras, pero relevantes, diferencias entre los análisis alternativos.

Además de los requisitos instrumentales comentados hasta el momento, otro punto crítico en un análisis bidimensional completo es la interpretación de los datos obtenidos. Para ello, son necesarios programas informáticos especialmente dedicados, que son capaces de transformar una secuencia continua de cromatogramas de alta velocidad en una representación en forma de mapa o gráfico bidimensional. Es importante tener en cuenta que, comúnmente, en LC × LC la ¹D no se monitoriza, ya que el detector o detectores se sitúan a la salida de la ²D, donde recogen datos de manera lineal. En la actualidad existen algunos programas comerciales dedicados a este fin (www.gcimage.com/lcxl/index.html; www.chromaleont.it/chromsquare.html), si bien numerosos autores han recurrido al desarrollo de dichas herramientas informáticas dentro del propio laboratorio (Filgueira y col., 2011). La interpretación de los resultados tiene una influencia directa en el análisis cuantitativo, el cual se complica significativamente comparado con la LC convencional, debido a una serie de problemas como la complejidad y gran cantidad de datos, la superposición de espectros y superposición cromatográfica, cambios en los tiempos de retención o la presencia de las señales de fondo (Allen y Rutan, 2012), siendo necesario en determinadas circunstancias incluso recurrir a procedimientos tales como la corrección de la señal de fondo (*background correction*) (Filgueira y col., 2012; Allen y col., 2012). De hecho, la falta de programas comerciales, así como el limitado desarrollo de los mismos, ha provocado que las aplicaciones de la LC × LC en las cuales se presentan determinaciones cuantitativas sean aún muy escasas (Mondello y col., 2008; Dugo y col., 2009a; Thekkudan y col., 2010).

3. APLICACIONES EN EL ANÁLISIS DE ALIMENTOS

Si bien se puede considerar que la LC × LC aún no ha llegado a su plenitud en cuanto a su implementación y desarrollo como técnica de análisis de muestras complejas reales, hasta el momento se han desarrollado ya un

buen número de aplicaciones relacionadas con el análisis de alimentos. En la Tabla 1 se muestra un resumen de dichas aplicaciones. Generalmente, se han analizado muestras alimentarias muy complejas minimizando, o incluso eliminando, la necesidad de llevar a cabo pretratamientos de muestra. Este hecho implica una gran ventaja desde el punto de vista de la caracterización de alimentos y de matrices naturales, como es la posibilidad de determinar su composición nativa. A continuación se describen las aplicaciones más relevantes desarrolladas de acuerdo a la naturaleza de los compuestos determinados.

3.1. Análisis de compuestos lipídicos

Los carotenoides son pigmentos fotosintéticos que se basan en una misma estructura química compuesta por un núcleo tetraterpenoico (C₄₀) con un sistema de dobles enlaces conjugados que forma, de hecho, el cromóforo de la molécula. Sin embargo, esta estructura básica puede sufrir un gran número de modificaciones como adición de grupos hidroxilo, ciclaciones, adición de grupos laterales o deshidrogenaciones, entre otras. Como consecuencia, el número de carotenoides diferentes, aunque químicamente muy relacionados, que se pueden encontrar en la naturaleza es muy extenso. Además, los carotenoides se dividen en carotenos, formados sólo por hidrógeno y carbono, y xantofilas, que incluyen los compuestos oxigenados. Los compuestos incluidos en esta última clase se pueden encontrar de forma natural tanto en su forma libre como en una forma más estable esterificados con ácidos grasos, incrementando significativamente la complejidad de su composición nativa. Por ello, para el estudio de la composición en carotenoides de una matriz natural, se ha recurrido tradicionalmente a un pretratamiento por saponificación, de forma que todos los carotenoides esterificados quedarán en su forma libre y su análisis se simplificará. No obstante, este proceso puede influir también en la determinación, ya que puede producir reacciones no deseadas, como la isomerización o incluso la degradación de algunos de los compuestos presentes. Por ello, el desarrollo de un método basado en LC × LC para determinar la composición nativa en carotenoides de una muestra alimentaria tan compleja en estos compuestos como es la naranja, supuso un avance significativo en la caracterización de los mismos (Dugo y col., 2008a). Este método se basaba en el acoplamiento de una separación en fase normal (NP) en la ¹D utilizando una columna microbore, con una rápida separación en fase inversa (RP) en la segunda dimensión ²D, así como en el empleo de la espectrometría de masas (MS) con ionización química a presión atmosférica (APCI) para la detección de los compuestos separados. El uso de una columna con un estrecho diámetro interno en la ¹D es un recurso muy utilizado, ya que permite obtener separaciones eficaces con

velocidades de flujo extremadamente pequeñas que, a su vez, ayudan a mantener un volumen bajo de transferencia a la 2D , de forma que se minimicen en lo posible los potenciales problemas derivados de la inyección de muestra en disolventes no compatibles. De esta manera, se pudieron separar en la 1D diferentes compuestos en función de los grupos polares presentes en su estructura química, empleando una columna de sílice con una velocidad de flujo de 10 $\mu\text{L}/\text{min}$, mientras que en la 2D se consiguió una separación de cada uno de ellos en función de su hidrofobicidad usando una columna C18 monolítica eluida a 4 mL/min . Un posterior desarrollo de este método permitió, asimismo, determinar la composición nativa de carotenoides intactos en zumos de naranja, con el objetivo de establecer el estado de conservación de los mismos (Dugo y col., 2009b). Determinados tipos de carotenoides, denominados epoxicarotenoides, poseen un grupo epoxídico con enlace 5,6- que se puede transformar mediante una reorganización en una conformación 5,8- en medio ácido. Mediante la aplicación de este método fue posible determinar la frecuencia relativa de diferentes zumos, gracias a la cuantificación del decrecimiento a lo largo del tiempo del contenido en 5,6-epoxicarotenoides, y el consecuente aumento de sus correspondientes 5,8-epoxicarotenoides. Esta determinación no sería fiable tras la saponificación de la muestra ya que, como se ha mencionado anteriormente, este proceso puede producir por sí mismo este tipo de reorganizaciones.

Es importante señalar que en este tipo de acoplamiento, en el cual se emplea una columna con un diámetro interno muy estrecho en la 1D y una rápida separación en la 2D (a flujos de hasta 4 mL/min), se han de buscar las

condiciones analíticas que permitan la separación a la vez que se mantiene bajo control la contrapresión generada. En este caso, se empleó con este objetivo una columna monolítica, si bien en otras aplicaciones se han utilizado también con éxito columnas cortas parcialmente porosas (Cacciola y col., 2012). Debido a que la utilización de interfases con *loops* es la configuración más frecuentemente utilizada (ver Tabla 1), algunos autores han estudiado cómo mejorar las separaciones en la 2D , aumentando tanto su eficacia como su velocidad. Hay que tener en cuenta que cuanto más rápida sea esta separación, mayor será la frecuencia de muestreo del eluyente de la primera dimensión, disminuyendo la posibilidad de perder resolución como resultado de la recolección de volúmenes de muestra demasiado elevados. Una de las posibilidades exploradas consiste en emplear instrumentos y columnas capaces de soportar muy altas presiones (UHPLC). De esta manera, se pueden conseguir las ventajas asociadas a la UHPLC en cuanto a aumento de velocidad de análisis y eficacia, lo que es muy interesante en la segunda dimensión de un sistema de $\text{LC} \times \text{LC}$. Esta aproximación se ha empleado para la separación de carotenoides en pimiento rojo (Cacciola y col., 2012). En este caso, el uso de UHPLC en la 2D permitió llevar a cabo cada separación y re-equilibrado de la columna en tan sólo ciclos de 1 min, utilizando velocidades de flujo de hasta 4 mL/min llegando a valores de presión de hasta 900 bar. En la Figura 2, se puede observar una comparativa de los resultados conseguidos empleando LC convencional o UHPLC en la 2D para la misma aplicación. Como se puede observar claramente, el empleo de muy altas presiones permitió obtener mejores separaciones. Otra estrategia que también ha

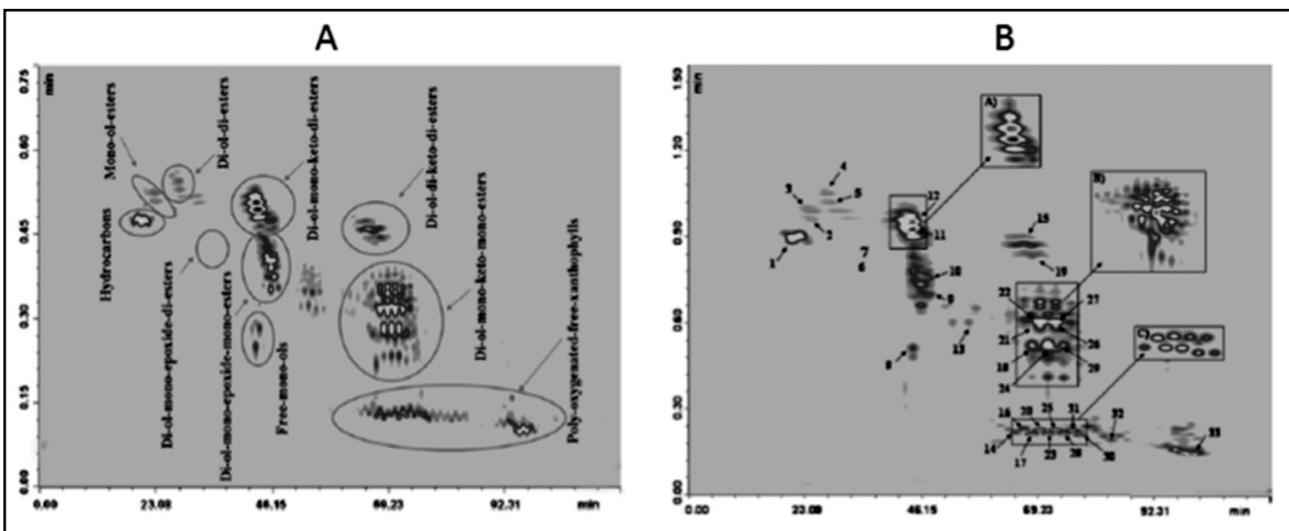


Figura 2. Análisis por $\text{LC} \times \text{LC}$ de diferentes carotenoides en pimiento rojo utilizando LC convencional (A) o UHPLC (B) en la segunda dimensión. Reproducida con permiso de Cacciola y col. (2012).

Tabla 1. Aplicaciones de la LC × LC desarrolladas para el análisis de alimentos agrupadas en función del acoplamiento utilizado.

Muestra	Compuestos	Tratamiento de muestra	μ D	μ D	μ D	Interfase	Recolección fracciones	T _m	Detector	Referencia
RP × RP Extracto de maíz			C ₃ , 300 x 2.1 mm, 3.5 μ m Fm (EG): tampón fosfato 20 mM y ACN. F: 380 μ L/min. División de flujo post-columna	Zirconio-Carbón 33 x 2.1 mm, 3 μ m. Fm (EG): ácido fosfórico 10 mM y ACN. F: 3 mL/min. T: 110°C	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 / 34 μ L)	12 / 21 s	UV (220 nm)	Filgueira y col., 2011	
Plantas aromáticas	Compuestos fenólicos	Extracción asistida con ultrasonidos dinámica	C ₁₈ , 150 x 2.1 mm, 3 μ m. Fm (EG): agua (0.5% ácido acético)/ACN, 85:15 y ACN. F: 0.1 mL/min	Ciano, 75 x 4.6 mm, 3 μ m. Fm (EI): agua (0.5% ácido acético)/ACN 65/35. F: 1.9 mL/min. T: 45°C.	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (130 μ L)	35 s	DAD (280 nm), ESI-MS	Kivilompolo y Hyötyläinen, 2007	
Vino tinto	Compuestos fenólicos	Filtración	Fenilo, 250 x 1 mm, 5 μ m. Fm (EG): agua y ACN. F: 10 μ L/min	C ₁₈ , 30 x 4.6 mm, 2.7 μ m. T: 60°C C ₁₈ , 25 x 4.6 mm, monolítica. T: 45°C Fm (EG): agua y ACN. F: 4 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 μ L)	2 min	DAD (280 nm), ESI-MS	Dugo y col., 2008b	
Vino tinto	Compuestos fenólicos	Filtración	Fenilo, 250 x 1 mm, 5 μ m. Fm (EG): agua y ACN. F: 10 μ L/min	C ₁₈ , 30 x 4.6 mm, 2.7 μ m. T: 60°C C ₁₈ , 25 x 4.6 mm, monolítica. T: 45°C Fm (EG): agua y ACN. F: 4 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 μ L)	2 min	DAD (280 nm), ESI-MS	Dugo y col., 2009a	
Cerveza	Ácidos fenólicos y flavonoides		PEG, 150 x 2.1 mm, 5 μ m. Fm (EG): acetato amónico 5 mM y ACN. F: 50 μ L/min	C ₁₈ , 50 x 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): acetato amónico 5 mM y ACN. F: 3.5 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (100 μ L)	2 min	DAD (270 y 300 nm)	Jandera y col., 2008	
Cerveza	Compuestos fenólicos	Filtración	PEG, 150 x 2.1 mm, 5 μ m. Fm (EG): ACN y acetato amónico 0.01 M. F: 25 μ L/min	C ₁₈ , 50 x 4.6 mm, monolítica. C ₁₈ , 30 x 4.0 mm, 3.0 μ m. C ₈ , 30 x 3.0 mm, 2.7 μ m. C ₁₈ , 30 x 3.0 mm, 2.7 μ m. Fm (EG): ACN y acetato amónico 0.01 M. F: 1 mL/min. T: 40°C.	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (100 μ L)	4 min	DAD (254-320 nm), ECD (250-900 mV)	Hajek y col., 2008	
Cerveza	Compuestos fenólicos	Filtración	PEG, 150 x 4.6 mm, 5 μ m. Fm (ED): 1% ACN en acetato amónico 10 mM. F: 0.3 mL/min	C ₁₈ , 50 x 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): agua y ACN. F: 2 mL/min. T: 40°C	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Columnas de atrapamiento (C ₁₈)	9 min	DAD (254-320 nm)	Caeciola y col., 2006	
Zumos de cítricos	Flavononas	Filtración y dilución	PEG, 250 x 2.1 mm, 5 μ m. Fm (EG): agua (0.1% ácido fórmico) y agua/ACN/2-propanol/ ácido fórmico, 39.9:20:40:0.1. F: 50 μ L/min	C ₁₈ , 50 x 4.6 mm, 2.7 μ m. Fm (EG): agua 0.1% ácido fórmico y agua/ACN/2-propanol/ ácido fórmico, 39.9:20:40:0.1. F: 3 mL/min. T: 40°C	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (50 μ L)	1 min	DAD (190-370 nm, datos extraídos a 283 y 325 nm), ESI-MS	Russo y col., 2011	

Tabla 1. Aplicaciones de la LC × LC desarrolladas para el análisis de alimentos agrupadas en función del acoplamiento utilizado (cont.).

Vino y cerveza	Compuestos fenólicos		PEG, 50 x 2.1 mm, 3 µm + C ₁₈ , 250 x 3 mm, 5 µm en serie. Fm (EG): agua y ACN. F: 0.3 mL/min	C ₁₈ , 100 x 4.6 mm, monolítica Fm (EG): agua y ACN. F: 2 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Columnas de atrapamiento (C ₁₈)	3 min	DAD (254-320 nm)	Caaciola y col., 2007a	
Vino y cerveza	Compuestos fenólicos	Desgasificación y filtración	C ₁₈ , 150 x 0.5 mm, 5 µm. Fm (EG): MeOH/acetato amónico 0.01 M. F: 0.1 mL/min	2 columnas Zirconio-Carbono 50 x 2.1 mm, 5 µm. Fm (E): MeOH/ácido fosfórico 0.05M, 40:60. F: 1 mL/min. T: 120°C.	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	2 columnas paralelas	3 min	DAD (280 nm)	Caaciola y col., 2007b	
Vino		Fraccionamiento	Fenilo, 100 mm x 2.1 mm. Fm (EG): dihidrogenofosfato de sodio 0.02 M, perclorato de sodio 0.02 M y ACN. F: 0.1 mL/min	Zirconio-Carbono, 33 mm x 2.1 mm. Fm (EG): ácido perclórico 0.01 M y ACN. F: 3 mL/min. T: 110 °C.	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops	21 s	DAD (200-700 nm)	Bailey y Rutan, 2013	
Cerveza y extracto de lupulo	Antioxidantes fenólicos	Dilución y filtración	PEG, 50 x 2.1 mm, 3 µm. Fm (E): acetato amónico 10 mM/ACN, 99:1. F: 0.4 mL/min	C ₁₈ , 125 x 2 mm, 5 µm. Fm (EG): acetato amónico 10 mM/ACN. F: 0.4 mL/min	Válvula de 6 vías	---	Stop-flow	UV- Vis	Blahova y col., 2006	
Vino	Compuestos fenólicos	Filtración	PEG, 150 x 2.1 mm, 5 µm. Fm (EG): ACN y acetato amónico 0.01 M. F: 25 µL/min	C ₁₈ , 30 x 3 mm, 2.7 µm. Fm (EG): ACN y acetato amónico 0.01 M. F: 4.8 mL/min. T: 60°C	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (100 µL)	35 s	DAD (280 nm)	Cesta y col., 2009	
Maíz	Extracto de maíz		Fenil, 30 x 2.1 mm, 5 µm. Fm (EG): tampón fosfato y ACN. F: 0.1 mL/min	Zirconio-Carbono, 33 x 2.1 mm, 3 µm. Fm (EG): ácido fosfórico 10 mM y ACN. F: 3 mL/min. T: 110 °C	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (70 µL)	12 y 21 s	DAD (220 nm)	Huang y col., 2011	
Vinos y zumos	Compuestos fenólicos	Filtración y dilución	C ₁₈ , 150 x 2.1 mm, 3 µm. Fm (EG): agua 0.5% ácido acético y ACN. F: 0.1 mL/min	C ₁₈ par iónico, 50 x 3 mm, 2.5 µm. Fm (E): TPA 15 mM en ACN/agua 0.05% ácido acético, 21:79. F: 1.35 mL/min. T: 40°C	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (200 µL)	1.5 min	DAD (280 nm)	Kivilompolo y col., 2008	
NP × RP										
Aceite esencial de naranja	Carotenoides	Filtración	Ciano 250 x 1 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano/butilacetato/acetona, 80:15:5 y hexano. F: 10 µL/min	C ₁₈ , 100 x 4.6 mm monolítica. Fm (EG): 2-propanol y ACN/agua, 80:20. F: 5 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	2 min	DAD (250-550 nm), APCLEMS	Dugo y col., 2008a	
Aceite de limón	Cumarinas y psoralenos		Diol 250 x 1 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano/acetato etilo, 90:10 y acetato etilo. F: 30 µL/min	2 columnas C ₁₈ , 50 x 4.6 mm, 3.5 µm. Fm (EG): agua y ACN. F: 4 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (30 µL)	1.9 min	DAD (315 nm), APCLEMS	François y col., 2008	
Aceite de limón	Cumarinas, psoralenos y compuestos polimetoxilados		Silica, 300 x 1 mm, 5 µm. Fm (E): hexano/ACN, 75:25. F: 0.1 mL/min	C ₁₈ , 25 x 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): agua y ACN. F: 4mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	1 min	UV (315 nm) (D), DAD (240-360 nm, 215 nm) (D)	Dugo y col., 2004	

Tabla 1. Aplicaciones de la LC × LC desarrolladas para el análisis de alimentos agrupadas en función del acoplamiento utilizado (cont.).

Pimiento rojo	Carotenoides	Extracción de carotenoides	Ciano, 250 × 1.0 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano y hexano/butilacetato/acetona, 80:15:5. F: 10 µL/min	HPLC×HPLC: C ₁₈ , 30 × 4.6 mm, 2.7 µm. T: 65°C. HPLC×UHPLC: 2 col. C ₁₈ , 30 × 4.6 mm, 2.7 µm. T: 65°C. Fm (EG): agua/ACN, 10:90 y 2-propanol. F: 4 mL/min.	2 Válvulas de 2 posiciones y 6 vías	Loops	HPLC×HPLC: PAD 45 s HPLC×UHPLC: APCI-MS 1 / 1.50 min	Cacciola y col., 2012
Zumo de naranja	Epoxi-carotenoides	Extracción de carotenoides	Ciano, 250 × 1 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano/butilacetato/acetona, 80:15:5 y hexano. F: 10 µL/min	C ₁₈ , 100 × 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): 2-propanol y ACN/agua, 80:20. F: 5 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	DAD (250-550 nm), APCI-MS	Dugo y col., 2009b
Aceite esencial de mandarina	Carotenoides y ésteres de carotenoides	Filtración	Carotenoides libres: Sílice, 300 × 1 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano y EtOH. F: 10 µL/min Ésteres: Ciano, 250 × 1 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano y hexano/butilacetato/acetona, 80:15:5. F: 10 µL/min	C ₁₈ , 100 × 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): 2-propanol y ACN/agua, 80:20. F: 4.7 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	DAD (250-550 nm), APCI-MS	Dugo y col., 2008c
Aceite esencial de naranja y zumo de naranja	Carotenoides	Extracción de carotenoides y saponificación	Sílice, 300 × 1 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano y acetato etilo. F: 10 µL/min	C ₁₈ , 100 × 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): 2-propanol y ACN/agua, 80:20. F: 4.7 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	DAD	Dugo y col., 2006c
Aceite de cítricos	Psoralenos y flavonas		Diol, 250 × 1 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano/acetato etilo, 90:10. F: 30 µL/min	C ₁₈ , 50 × 4.6 mm, 3.5 µm. Fm (EG): agua y ACN. F: 5 mL/min.	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (30 µL)	UV (315 nm)	François y col., 2006
Aceites esenciales de cítricos	Aurapteno		Sílice, 300 × 1 mm, 5 µm. Fm (EG): hexano/acetato etilo, 80:20. F: 18 µL/min	C ₁₈ , 25 × 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): ACN y agua. F: 4 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	DAD (315 nm)	Mondello y col., 2008
Leche	Fosfolípidos	Extracción de la fracción lipídica	HILIC, 150 × 2.1 mm, 2.7 µm. Fm (EG): ACN/formiato amónico 10 mM y ACN/MeOH/formiato amónico 10 mM. F: 1 mL/min	C ₁₈ , 150 × 4.6 mm, 2.7 µm. Fm (EG): formiato amónico 10 mM/2-propanol/tetrahidrofurano, 30:55:15 y ACN. F: 0.9 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (100 µL)	ESI-MS (Stop-flow)	Dugo y col., 2013
	Ácidos grasos derivados		HILIC, 250 × 2.1 mm, 5 µm. Fm (EG): ACN y acetato amónico 50 mM. F: 25 µL/min	C ₁₈ , 30 × 4.6 mm, 3 µm. Fm (EG): MeOH y acetato amónico 50 mM. F: 3 mL/min. T: 50 °C	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (25 / 50 µL)	ELSD, ESI-MS	Elsner y col., 2012
Semilla de uva	Proctianidinas		HILIC, 150 × 1 mm, 5 µm. Fm (EG): ACN/ácido acético, 98:2 y MeOH/agua/ácido acético, 95:3:2. F: 15 µL/min	C ₁₈ , 100×4.6 mm, monolítica. Fm (EG): agua 0.1% ácido fórmico y MeOH, 50:50; agua 0.1% ácido fórmico y ACN/MeOH. F: 4 mL/min.	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (30 µL)	DAD (190-550 nm, 280 nm), ESI-MS	Montero y col., 2013

Tabla 1. Aplicaciones de la LC × LC desarrolladas para el análisis de alimentos agrupadas en función del acoplamiento utilizado.

IEC × RP								
Aceite de maíz	Triacilglicerol	Ag ⁺ , 250 x 2.1 mm, 5 µm. Fm (EG): MeOH y 6% ACN en MeOH. F: 20 µL/min	C ₁₈ , 30 x 4.6 mm, 1.8 µm. Fm (EI): MeOH/MTBE 70:30. F: 3 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (40 µL)	1 min	UV (210 nm), ELSID, APCL-MS	van der Klift y col., 2008
Aceite de soja y lino	Triacilglicerol	Ag ⁺ , 150 x 1 mm, 5 µm. Fm (EG): 0.7% ACN en hexano y 0.9% ACN en hexano. F: 11 µL/min	C ₁₈ , 100 x 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): 2-propanol y ACN. F: 4 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	2 min	APCI-MS	Dugo y col., 2006a
Aceite de arroz	Triacilglicerol	Ag ⁺ , 150 x 1 mm, 5 µm. Fm (EI): 0.7% ACN en hexano. F: 13 µL/min	C ₁₈ , 100 x 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): 2-propanol y ACN. F: 4 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	1.5 min	APCI-MS	Mondello y col., 2005
Acetite de cacahuete	Triacilglicerol	IEC, 150 x 1 mm, 5 µm. Fm (EG): 0.3% ACN en hexano y 1.3% ACN en hexano. F: 10 µL/min	C ₁₈ , 33 x 7 mm, 1.5 µm. Fm (EG): ACN y 2-propanol/hexano, 2:1:1. F: 4 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (20 µL)	2 min	APCI-MS	Yang y col., 2012
Zumo de naranja, yogur y vino	Ácidos orgánicos	IEC, 250 x 2 mm. Fm (EG): KOH 15 mM – 50 mM. F: 0.1 mL/min	C ₁₈ , 150 x 4.6 mm, 5 µm. Fm (EI): tampón fosfato 20 mM/MeOH, 90:10. F: 1.5 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (400 µL)	2 min	UV (210 nm)	Burdina y col., 2010
Leche	Triacilglicerol	Ag ⁺ , 150 x 1 mm, 5 µm. Fm (EG): 0.7% ACN en hexano y 0.9% ACN en hexano. F: 11 µL/min	C ₁₈ , 100 x 4.6 mm, monolítica. Fm (EG): 2-propanol y ACN. F: 4 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (22 µL)	2 min	APCI-MS	Dugo y col., 2006b
RP × IEC								
Vinos y zumos	Compuestos fenólicos	C ₁₈ , 150 x 2.1 mm, 3 µm. Fm (EG): 0.5% ácido acético y ACN. F: 0.1 mL/min	HPCLX-HPPLC: TPA 10 mM en ACN/0.05% ácido acético y ACN. 12:88. F: 3 mL/min HPPLC×UHPLC: C ₁₈ , 50 x 2.1 mm, 1.7 µm. Fm (EG): TPA 15 mM en 0.05% ácido acético y ACN. F: 0.8 mL/min	Válvula de 2 posiciones y 10 vías	Loops (200 µL)	HPLC×HPPLC: 1.5 min HPLC×UHPLC: 2 min	DAD (220–330 nm)	Kivilompolo y Hyötyläinen, 2008

ACN: acetoniitrilo; APCI: ionización química a presión atmosférica; DAD: detector de matriz de diodos; ECD: detector electroquímico; EG: elución en gradiente; EI: elución isocrática; ESI: ionización por electrospray; F: velocidad de flujo; Fm: fases móviles; MeOH: metanol; MTBE: metil-tert-butil éter; PEG: Polietilenglicol; Tm: tiempo de modulación; TPA: bromuro de tetrapentilamonio.

sido estudiada es la consistente en disminuir la contrapresión generada en la segunda dimensión aumentando la temperatura a la cual se lleva a cabo dicha separación. Determinadas columnas de HPLC son capaces de resistir altas temperaturas (> 100 °C), por lo que el empleo de éstas puede ser una herramienta útil para producir un descenso en la viscosidad de los disolventes, con la consiguiente disminución de la contrapresión. Por ejemplo, se han utilizado para la separación por LC × LC de diferentes metabolitos presentes en maíz columnas de zirconio a 110 °C y una velocidad de flujo de 3 mL/min, pudiéndose mantener las presiones máximas por debajo de los 400 bar (Filgueira y col., 2011).

También se han empleado métodos basados en LC × LC de manera satisfactoria para la separación de triacilglicéridos (TAGs) en diferentes matrices alimentarias, tales como aceites de maíz (Van der Klift y col., 2008), soja, lino (Dugo y col., 2006a), arroz (Mondello y col., 2005) o cacahuete (Yang y col., 2012), así como de leche (Dugo y col., 2006b). Todos estos métodos tienen en común el empleo de una separación basada en intercambio iónico (IEC) en la ¹D (generalmente empleando columnas con cationes Ag⁺) y una separación en RP en la ²D. De esta forma, se consigue una separación en la primera dimensión dependiente del número de dobles enlaces totales presentes en las moléculas de TAGs, mientras que los TAGs con un número de dobles enlaces similar se separan en la segunda dimensión en función de su coeficiente de reparto, definido como la diferencia existente entre el número de átomos de carbono totales presentes en la molécula menos el número de dobles enlaces presentes multiplicado por 2 (Dugo y col., 2006a). De esta manera, el desarrollo de los métodos que combinan IEC × RP ha permitido la separación de un gran número de TAGs, que coeluirían en condiciones monodimensionales empleando tanto uno como otro mecanismo de separación. No obstante, dada la escasa absorción UV-Vis de estos compuestos, el empleo en línea de otros detectores como un detector evaporativo de dispersión de luz (ELSD) o un detector de MS es absolutamente necesario (Van der Klift y col., 2008). Recientemente, se ha desarrollado una nueva aplicación, consistente en el empleo de una separación HILIC en la ¹D en lugar de emplear IEC (Dugo y col., 2013). En este caso, el acoplamiento se llevó a cabo mediante el empleo de una válvula de 10 vías y dos *loops* idénticos de inyección, si bien se realizó deteniendo el flujo de fase móvil de la primera dimensión entre los diferentes análisis de la segunda dimensión. Estos métodos, comúnmente denominados *stop-flow*, permiten llevar a cabo separaciones más largas en la ²D, con las consiguientes ventajas en cuanto a la capacidad separativa de los métodos empleados en ella, ya que el

tiempo disponible para el análisis en dicha dimensión no está previamente determinado por el tiempo necesario para llenar uno de los *loops* con eluyente procedente de la ¹D. Sin embargo, como gran desventaja, esta configuración implica que el tiempo total de análisis se alarga considerablemente, restándole algunas de las ventajas intrínsecas al empleo de la LC × LC. No obstante, a pesar de los elevados tiempos de análisis, mediante el uso de este método se pudieron identificar un gran número de especies diferentes de fosfolípidos, gracias al uso de un detector de MS operando alternativamente en modo de ionización positivo y negativo (Dugo y col., 2013). Para ello se utilizó una columna con partículas parcialmente porosas en la ¹D, eluida a 0.1 mL/min, mientras que en la ²D se empleó una columna C₁₈ utilizando una velocidad de flujo de 0.9 mL/min.

3.2. Análisis de compuestos fenólicos

Dentro del grupo de compuestos fenólicos se incluyen algunos interesantes metabolitos que se encuentran entre los más frecuentemente estudiados en lo que se refiere al análisis de alimentos por LC × LC. En este caso, la mayor parte de los métodos desarrollados, como se puede observar en la Tabla 1, se basan en el empleo de dos separaciones en fase inversa en ambas dimensiones. Como se ha comentado anteriormente, cuanto menos correlacionada esté la retención en cada una de las dos dimensiones implicadas, mayor será el grado de ortogonalidad posible, aumentando, teóricamente, el potencial separativo disponible. Aunque el uso de dos separaciones basadas en el mismo principio no es, por tanto, lo más favorable, mediante el uso de columnas de diferente naturaleza se ha demostrado que es posible obtener un alto grado de ortogonalidad. Como ventaja adicional cabe destacar que, cuando se emplean dos separaciones basadas en el mismo modo de separación, como RP en este caso, los disolventes empleados en ambas separaciones son compatibles, algo que no siempre ocurre en caso contrario (como por ejemplo en los acoplamientos NP × RP). En el caso de separaciones de compuestos fenólicos se han combinado, por ejemplo, columnas fenilo con C₁₈ para la separación de compuestos fenólicos presentes en vino (Dugo y col., 2008b), columnas PEG con C₁₈ para determinar polifenoles presentes en cervezas (Hajek y col., 2008) y en zumos de cítricos (Russo y col., 2011), o incluso columnas C₁₈ con columnas ciano para estudiar la composición de plantas aromáticas (Kivilompolo y Hyotylainen, 2007). De igual manera, se han empleado incluso dos columnas C₁₈ en ambas dimensiones, si bien en este caso las condiciones de separación se modificaron sustancialmente para producir una retención diferencial. En concreto, se empleó RP en condiciones convencionales en la ¹D,

mientras que en la 2D se utilizó un reactivo para la formación de pares iónicos a un pH determinado. Esta solución sirvió para la separación de 11 ácidos fenólicos en diferentes muestras de vino y zumos (Kivilompolo y Hyotylainen, 2008).

No ha sido hasta más recientemente cuando se han desarrollado métodos para la determinación de compuestos fenólicos basados en el acoplamiento de diferentes mecanismos de separación con el objetivo de aumentar la capacidad de pico de los sistemas bidimensionales. En concreto, se ha desarrollado un nuevo método para la determinación de procianidinas y flavan-3-oles presentes en muestras alimentarias muy complejas, como son las semillas de uva (Montero y col., 2013a) o manzana (Montero y col., 2013b). Las procianidinas son compuestos fenólicos poliméricos que pueden estar compuestos por diferentes monómeros como catequina, epicatequina, galocatequina, epigalocatequina y otros derivados galolados. Por tanto, la variabilidad química posible en muestras naturales complejas, como las semillas de uva, cacao, manzanas o frutos rojos, es muy elevada. Tradicionalmente, se han utilizado métodos basados en NP para poder separar de acuerdo con su grado de polimerización y determinar las procianidinas presentes en estas muestras (Robbins y col., 2012). Sin embargo, estos métodos no permiten la separación de procianidinas diferentes que posean un mismo grado de polimerización. Por su parte, los métodos basados en RP son capaces de ofrecer separaciones de monómeros y algunas procianidinas, si bien, la separación de procianidinas con un grado de polimerización mayor a 3 no es normalmente posible (Peng y col., 2001). En este sentido, la combinación de ambos mecanismos de separación en un método bidimensional podría ofrecer las ventajas de cada uno de ellos, posibilitando el análisis completo de este complejo tipo de compuestos. Para ello, se desarrolló un método que combinaba eficazmente una separación HILIC en la 1D para separar los compuestos según su grado de polimerización, y una separación en RP en la 2D para obtener una distribución relacionada con la hidrofobicidad relativa de cada molécula. La identificación de los diferentes compuestos se llevó a cabo mediante el uso simultáneo de un detector de matriz de diodos y uno de MS. En este acoplamiento se utilizó una columna estrecha (*microbore*) en la 1D (con un diámetro interno de 1 mm) a 15 $\mu\text{L}/\text{min}$, y una columna C_{18} corta con partículas parcialmente porosas (50 x 4.6 mm, 2.7 μm) en la 2D a 3 mL/min. De esta forma se pudieron separar e identificar cerca de 45 compuestos de hasta 7 unidades de grado de polimerización, incluyendo por primera vez la identificación de compuestos con diferente grado de galoilación (Montero y col., 2013). En la Figura 3 se puede observar una de las separaciones obtenidas

utilizando este método. Aunque el empleo de HILIC en combinación con RP tiene la ventaja de poder emplear disolventes compatibles, su acoplamiento no es sencillo, puesto que el disolvente más débil en la 1D (disolvente orgánico) se convierte en el fuerte en la 2D , con los consiguientes problemas de distorsión de picos al inyectar la muestra en la 2D en un disolvente más fuerte que la fase móvil de partida. Para solucionar este problema se propuso el uso de *loops* en la válvula, con un volumen interno superior al necesario para recolectar el eluyente de la 1D , de forma que se produjera una dilución del mismo con fase móvil de la 2D y se minimizara el efecto negativo del disolvente empleado para la inyección (Montero y col., 2013).

3.3. Análisis de otros metabolitos

También se han desarrollado métodos basados en el empleo de la LC \times LC para la determinación de otros metabolitos en alimentos, tales como ácidos orgánicos o compuestos heterocíclicos hidrogenados. En este sentido, se ha demostrado cómo el acoplamiento IEC \times RP presentaba una alta ortogonalidad para la separación de 24 ácidos orgánicos de bajo peso molecular de gran importancia en alimentos y bebidas debido a su influencia sobre algunas de las más importantes propiedades organolépticas (Brudina y col., 2010). Este desarrollo se basaba en el empleo de una separación de intercambio iónico en la primera dimensión, para lo cual se empleaban concentraciones crecientes de KOH que daban lugar a un incremento del pH de la fase móvil de hasta 12.7 en la etapas finales del gradiente. Debido a que este pH haría incompatible el empleo de columnas convencionales C_{18} en la segunda dimensión, se incluyó a la salida de la columna empleada en la 1D un supresor de membrana con el objetivo de neutralizar el pH del eluyente. De esta manera, el eluyente pasaba a los *loops* de inyección donde se almacenaba hasta su inyección en la 2D a un pH compatible con las condiciones empleadas en la misma (Brudina y col., 2010). Gracias a esta metodología, se pudieron caracterizar los ácidos orgánicos presentes en diferentes muestras alimentarias, incluyendo vino blanco, zumo de naranja y yogur.

Una configuración basada en NP \times RP se eligió para la separación de compuestos heterocíclicos oxigenados, como cumarinas y psoralenos, presentes en aceites esenciales de cítricos obtenidos mediante prensado en frío (Dugo y col., 2004). Aunque este método permitía la separación de diferentes compuestos incluidos en dicha familia, un desarrollo posterior, basado en el empleo de dos columnas idénticas en paralelo para llevar a cabo las separaciones en la segunda dimensión, permitió aumentar la capacidad separativa del sistema NP \times RP (François

y col., 2008). Como ya se ha comentado anteriormente, este tipo de configuraciones permite llevar a cabo la separación en la segunda dimensión en tiempos de análisis mayores, ya que el re-equilibrado de una de las columnas puede llevarse a cabo mientras en la otra se está analizando otra fracción (ver Figura 1). Los autores de este trabajo compararon, además, sus resultados con la separación alcanzable empleando una configuración más convencional que utilizaba dos *loops* en la interfase y sólo una columna en la segunda dimensión. De acuerdo con sus cálculos, la capacidad de pico mejoraba significativamente utilizando dos columnas en paralelo en la segunda dimensión, llegando a valores de 1095 en comparación con una cifra de 437 alcanzable usando la configuración con una sola columna (François y col., 2008). En concreto, se pudieron determinar empleando este sistema, 18 diferentes compuestos heterocíclicos oxigenados en aceite de limón, incluyendo principalmente 5-geraniloxipsoaleno, 5-geraniloxi-7-metoxicumarina, 5,7-dimetoxicumarina y 5-(2,3-epoxiisopentiloxi)psoraleno, demostrando la aplicabilidad de esta metodología para el análisis de muestras alimentarias complejas.

4. CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS FUTURAS

Como se puede deducir de la información mostrada en esta revisión, el empleo de la LC × LC presenta un gran potencial en muy diversas aplicaciones. El incremento en la capacidad separativa que esta técnica es capaz de proporcionar en comparación con las técnicas monodimensionales, la convierte en una importante herramienta para la caracterización de muestras complejas, muy frecuentes en el ámbito alimentario. Sin embargo, aunque se han desarrollado algunas aplicaciones destacadas relacionadas con el análisis de TAGs, carotenoides o compuestos fenólicos complejos, entre otros, los acoplamientos NP × RP, IEC × RP, HILIC × RP o incluso RP × RP, aún permiten un amplio margen de mejora y su extensión a otras aplicaciones de interés.

De hecho, en un futuro próximo se deberían producir nuevos desarrollos relacionados con el empleo de altas presiones y temperaturas en la ²D, dado que su relevancia no se ha estudiado aún exhaustivamente. Estos parámetros pueden tener una influencia definitiva en la velocidad de las separaciones que tienen lugar en dicha ²D, por lo que su implementación puede producir avances y mejoras significativas en cuanto a la capacidad de separación de los sistemas que se están desarrollando. De igual manera, se podrían producir en el futuro nuevos avances relacionados con la mejora de la interacción entre las dos dimensiones utilizadas. Por ejemplo, algunos autores han

propuesto el empleo de divisores de flujo entre la salida de la ¹D y la interfase, de forma que se puedan llevar a cabo separaciones utilizando velocidades de flujo más altas en la ¹D empleando más cantidad de muestra sin que ello conlleve un aumento significativo del volumen de inyección en la ²D (Filgueira y col., 2011). Si bien esta posibilidad se ha comenzado a estudiar ya, comprobando su eficacia para la separación de metabolitos de maíz (Figura 4), se hace necesario aún un estudio mucho más pormenorizado de las posibilidades reales de dicho acoplamiento, así como de su influencia sobre la sensibilidad del sistema (Filgueira y col., 2011).

Precisamente este punto, la sensibilidad, es uno de los parámetros críticos en LC × LC; algunos investigadores han estudiado la pérdida de sensibilidad que puede producirse en las separaciones por LC × LC en relación a los análisis monodimensionales como consecuencia de la dilución producida al emplear altas velocidades de flujo en las separaciones llevadas a cabo en la ²D (Dugo y col., 2009a). Por lo tanto, serán necesarios nuevos desarrollos que proporcionen soluciones eficaces para evitar, o al menos, minimizar este problema. Dicha limitación en cuanto a sensibilidad influye asimismo en el limitado número de trabajos en los cuales se llevan a cabo estudios cuantitativos, si bien, la complejidad de los análisis bidimensionales así como la falta de programas informáticos específicamente dedicados son también importantes factores.

En cuanto a los campos de aplicación, es esperable que en un futuro cercano aparezcan algunos desarrollos en el campo de la proteómica. De hecho, la LC × LC ya se ha utilizado en algunos estudios en los que se han empleado proteínas alimentarias como modelos (Donato y col., 2011; François y col., 2009a), abriendo así la puerta al empleo de estas aproximaciones para la caracterización de proteínas y péptidos presentes en alimentos. Otro campo de gran interés en el cual el desarrollo de técnicas multidimensionales sería de gran potencial es el análisis de contaminantes, tales como pesticidas y residuos de antibióticos. Evidentemente, estas determinaciones relacionadas con la seguridad alimentaria y la legislación hacen necesarios hoy en día altos niveles de sensibilidad, por lo que este parámetro debería mejorarse. Superado este problema, la LC × LC podría ser, en principio, una técnica idónea para la separación y cuantificación de mezclas muy complejas de contaminantes. Aunque se ha llevado a cabo una primera aproximación (Kittlaus y col., 2013), aún no se ha publicado ningún trabajo en el cual se utilice un método bidimensional completo. Por tanto, éste es un campo dentro del análisis de alimentos que podría tener un gran desarrollo en el futuro.



El sistema de Cromatografía Líquida Triple Cuadrupolo EVOQ (LC-TQ) se ha diseñado con un objetivo – Cuantificar de forma fiable miles de muestras reales en el menor tiempo posible del análisis al informe de resultados-. Proporciona una excepcional sensibilidad, precisión, exactitud, linealidad y rango dinámico para sus métodos con múltiples transiciones (MRM). Las innovaciones en el Software y la nueva tecnología de Ionización a Presión Atmosférica (API) lo convierten en un **salto adelante** para la cuantificación en rutina a altísima sensibilidad.

- ▶ Alta eficacia en la ionización con las sondas VIP y APCI
- ▶ UHPLC, HPLC o módulos OLE con horno y desgasificador
- ▶ Máxima sensibilidad MRM con analizador sin lentes
- ▶ Sintonización plana, sin ajustes con diseño de doble embudo IQ
- ▶ Interfase de orificio para alta sensibilidad y máxima robustez
- ▶ Software PACER alta productividad en la revisión de resultados

Presentamos el
EVOQ Qube
 y el
EVOQ Elite
LC-TQ
 de Bruker

Visite www.evoqms.com para más información
 Consultas a info-bcad-spain@bruker.com

MASS SPECTROMETRY

Innovation with Integrity



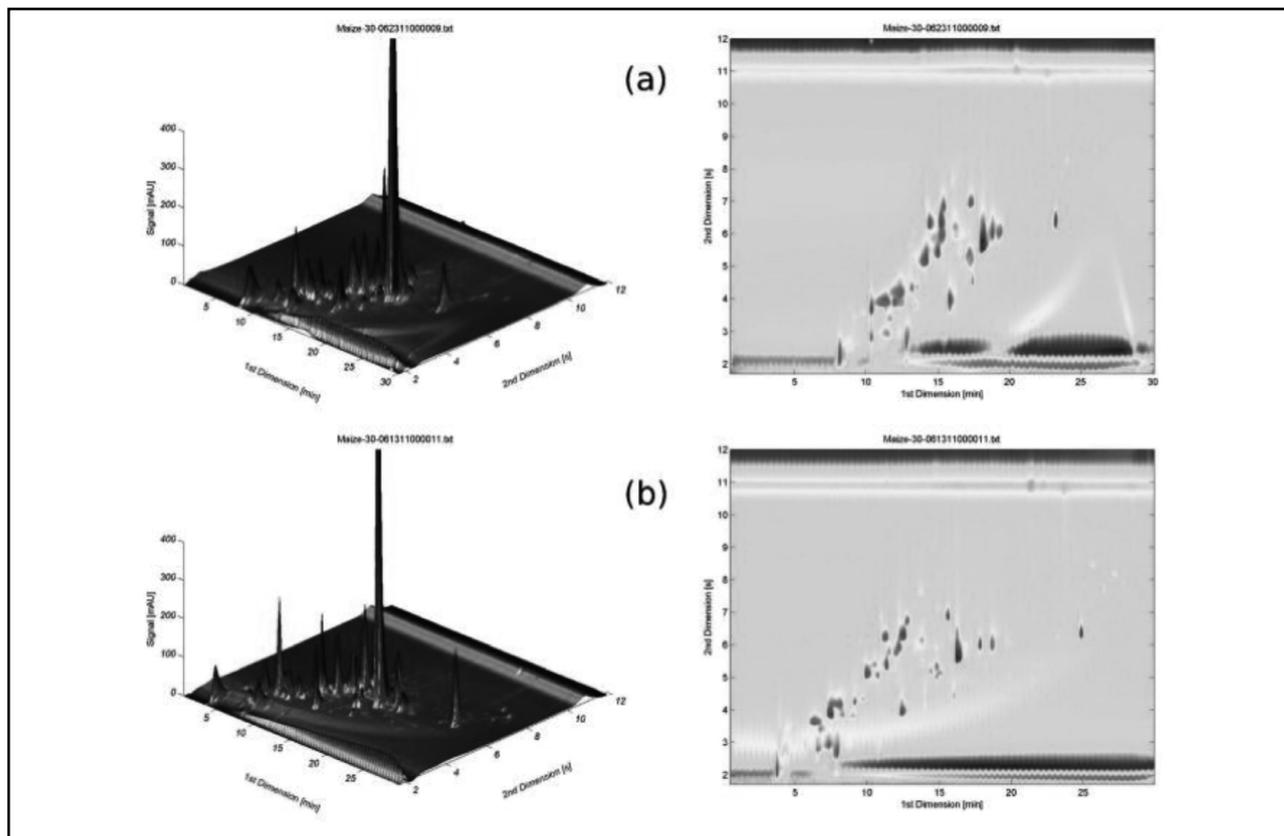


Figura 4. Gráficos bi- y tridimensionales correspondientes a la separación de metabolitos presentes en un extracto de maíz, empleando configuraciones (a) sin divisor de flujo, y (b) utilizando un divisor de flujo tras la primera dimensión. Reproducido con permiso de Filgueira y col. (2011).

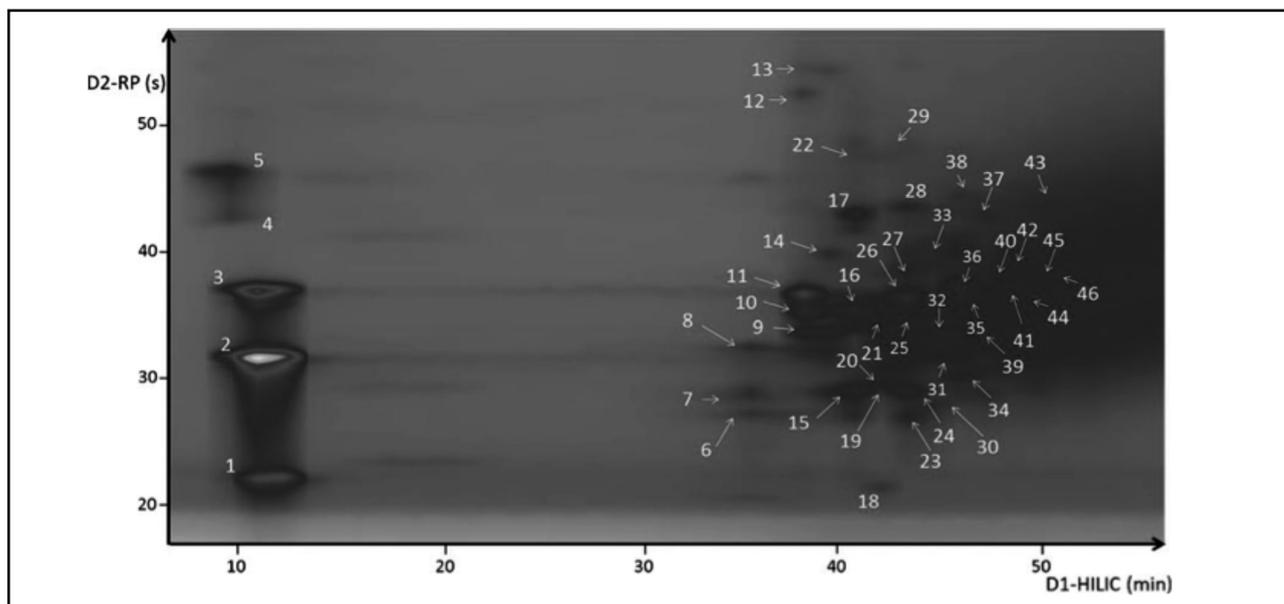


Figura 3. Diagrama bidimensional (280 nm) correspondiente a la separación de procianidinas de semilla de uva mediante el empleo de un método HILIC × RP. Reproducido con permiso de Montero y col. (2013a).

AGRADECIMIENTOS

M.H. agradece al MICINN la concesión de un contrato “Ramón y Cajal”.

REFERENCIAS

- Allen, R. C., John, M. G., Rutan, S. C., Filguera, M. R., Carr, P. W. *J. Chromatogr. A* (2012), 1254, 51-61.
- Allen, R. C., Rutan S. C. *Anal. Chim. Acta* 723 (2012), 7-17.
- Bailey, H. P., Rutan, S. C., *Anal. Chim. Acta* (2013), 770, 18-28.
- Bedani, F., Schoenmakers, P. J., Janssen, H. G. *J. Sep. Sci.* (2012), 35, 1697-1711.
- Blahova, E., Jandera, P., Cacciola, F., Mondello, L. *J. Sep. Sci.* (2006), 29, 555-566.
- Brudina, S. S., Shellie, R. A., Haddad, P. R., Schoenmakers P. J. *J. Chromatogr. A* (2010), 1217, 6742-6746.
- Cacciola, F., Donato, P., Giuffrida, D., Torre, G., Dugo, P., Mondello, L. *J. Chromatogr. A* (2012), 1255, 244-251.
- Cacciola, F., Jandera, P., Blahova, E., Mondello, L. *J. Sep. Sci.* (2006), 29, 2500-2513.
- Cacciola, F., Jandera, P., Hajdú, Z., Cesla, P., Mondello, L. *J. Chromatogr. A* (2007a), 1149, 73-87.
- Cacciola, F., Jandera, P., Mondello, L. *J. Sep. Sci.* (2007b), 30, 462-474.
- Cesla, P., Hájek, T., Jandera, P. *J. Chromatogr. A* (2009), 1216, 3443-3457.
- Cifuentes, A. *J. Chromatogr. A* (2009), 1216, 7109.
- Donato, P., Cacciola, F., Sommela, E., Fanali, C., Dugo, L., Dacha, M., Campiglia, P., Novellino, E., Dugo, P., Mondello, L. *Anal. Chem.* (2011), 83, 2485-2491.
- Dugo, P., Cacciola, F., Donato, P., Airado-Rodriguez, D., Herrero, M., Mondello, L. *J. Chromatogr. A* (2009a), 1216, 7483-7487.
- Dugo, P., Cacciola, F., Herrero, M., Donato, P., Mondello, L. *J. Sep. Sci.* (2008b), 31, 3297-3308.
- Dugo, P., Favoino, O., Luppino, R., Dugo, G., Mondello, L. *Anal. Chem.* (2004), 76, 2525-2530.
- Dugo, P., Fawzy, N., Cichello, F., Cacciola, F., Donato, P., Mondello, L. *J. Chromatogr. A* (2013), 1278, 46-53.
- Dugo, P., Giuffrida, D., Herrero, M., Donato, P., Mondello L. *J. Sep. Sci.* (2009b), 32, 973-980.
- Dugo, P., Herrero, M., Giuffrida, D., Kumm, T., Dugo, G., Mondello, L. *J. Agric. Food Chem.* (2008a), 56, 3478-3485.
- Dugo, P., Herrero, M., Kumm, T., Giuffrida, D., Dugo, G., Mondello, L. *J. Chromatogr. A* (2008c), 1189, 196-206.
- Dugo, P., Kumm, T., Chiofalo, B., Cotroneo, A., Mondello, L. *J. Sep. Sci.* (2006b), 29, 1146-1154.
- Dugo, P., Kumm, T., Crupi, M. L., Cotroneo, A., Mondello, L. *J. Chromatogr. A* (2006a), 1112, 269-275.
- Dugo, P., Skeríková, V., Kumm, T., Trozzi, A., Jandera, P., Mondello, L. *Anal. Chem.* (2006c), 78, 7743-7750.
- Elsner, V., Laun, S., Melchior, D., Kohler, M., Schmitz, O. *J. J. Chromatogr. A* (2012), 1268, 22-28.
- Erni, F., Frei, R. W. *J. Chromatogr.* (1978), 149, 561-569.
- Filguera, M. R., Castells, C. B., Carr, P. W. *Anal. Chem.* (2012), 84, 6747-6752.
- Filgueira, M. R., Huang, T., Witt, K., Castells, C., Carr, P. W. *Anal. Chem.* (2011), 83, 9531-9539.
- François, I., Cabooter, D., Sandra, K., Lynen, F., Desmet, G., Sandra, P. *J. Sep. Sci.* (2009a), 32, 1137-1144.
- François, I., de Villiers, A., Sandra, P. *J. Sep. Sci.* (2006), 29, 492-498.
- François, I., de Villiers, A., Tienpont, B., David, F., Sandra, P. *J. Chromatogr. A* (2008), 1178, 33-42.
- François, I., Sandra, K., Sandra, P. *Anal. Chim. Acta* (2009b), 641, 14-31.
- François, I., Sandra, K., Sandra, P. “History, evolution and optimization aspects of comprehensive two-dimensional liquid chromatography” en: *Comprehensive chromatography in combination with mass spectrometry* (L. Mondello, Ed.) John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, EEUU (2011) p. 281-330.
- González-Curbelo, M. T., Herrera-Herrera, A. V., Ravelo-Pérez, L. M., Hernández-Borges, J. *Trends Anal. Chem.* (2012), 38, 32-51.
- Gu, H., Huang, Y., Carr, P. W. *J. Chromatogr. A* (2011), 1218, 64-73.
- Hajek, T., Jandera, P. *J. Sep. Sci.* (2012), 35, 1712-1722.
- Hajek, T., Skerkova, V., Cesla, P., Vynuchalova, K., Jandera, P. *J. Sep. Sci.* (2008), 31, 3309-3328.
- Herrero, M., Castro-Puyana, M., Ibáñez, E., Cifuentes, A. “Compositional analysis of foods” en: *Liquid chromatography: Applications* (S. Fanali y col. Eds.) Elsevier, Amsterdam, Holanda (2013), p. 295.
- Huang, Y., Gua, H., Filgueira, M., Carr, P. W. *J. Chromatogr. A* (2011), 1218, 2984-2994.
- Jandera, P. *J. Sep. Sci.* (2006), 29, 1763-1783.
- Jandera, P., Hajek, T., Cesla, P. *J. Chromatogr. A* (2011), 1218, 1995-2006.
- Jandera, P., Vynuchalova, K., Hájek, T., Cesla, P., Vohralík, G. *J. Chemometrics* (2008), 22, 203-217.
- Kittlaus, S., Chimanke, J., Kempe, G., Speer, K. *J. Chromatogr. A* (2013), 1283, 98-109.
- Kivilompolo, M., Hyötyläinen, T. *J. Chromatogr. A* (2007), 1145, 155-164.

- Kivilompolo, M., Hyötyläinen, T. *J. Sep. Sci.* (2008), 31, 3466-3472.
- Kivilompolo, M., Obúrka, V., Hyötyläinen, T. *Anal. Bioanal. Chem.* (2008), 391, 373-380.
- Mondello, L., Herrero, M., Kumm, T., Dugo, P., Cortes, H., Dugo, G. *Anal. Chem.* (2008), 80, 5418-5424.
- Mondello, L., Tranchida, P.Q., Stanek, V., Jandera, P., Dugo, G., Dugo, P. *J. Chromatogr. A* (2005), 1086, 91-98.
- Montero, L., Herrero, M., Prodanov, M., Ibáñez, E., Cifuentes, A. *Anal Bioanal Chem.* (2013a), 405, 4627-4638
- Montero, L., Herrero, M., Ibáñez, E., Cifuentes, A. *J. Chromatogr. A* (2013b), en prensa (DOI: 10.1016/j.chroma.2013.06.015).
- Liu, Z., Patterson, D. G. *Anal. Chem.* (1995), 67, 3840-3845.
- Peng, Z., Hayasaka, Y., Iland, P.C., Sefton, M., Hoj, P., Waters, E. *J. Agric. Food Chem.* (2001), 49, 26-31.
- Robbins, R., Leonczak, J., Li, J., Johnson, J. C., Collins, T., Kwik-Urbe, C., Schmitz, H. H. *J. AOAC Int.* (2012), 95, 1153-1160.
- Russo, M., Cacciola, F., Bonaccorsi, I., Dugo, P., Mondello, L. *J. Sep. Sci.* (2011), 34, 681-687.
- Stoll, D. R. *Anal. Bioanal. Chem.* (2010), 397, 979-986.
- Stoll, D. R., Li, X., Wang, X., Carr, P. W., Porter, S. E. G., Rutan, S. C. *J. Chromatogr. A* (2007), 1168, 3-43.
- Thekkudan, D. F., Rutan, S. C., Carr, P. W. *J. Chromatogr. A* (2010), 1217, 4313-4327.
- Tranchida, P. Q., Dugo, P., Dugo, G., Mondello, L. *J. Chromatogr. A* (2004), 1054, 3-16.
- Van der Klift, E. J. C., Vivó-Truyols, G., Claassen, F. W., van Holthoon F. L., van Beek T. A. *J. Chromatogr. A* (2008), 1178, 43-55.
- Yang, Q., Shi, X., Gu, Q., Zhao, S., Shan, Y., Xu, G. *J. Chromatogr. B* (2012), 895-896, 48-55.

* * * * *



Queridos lectores,

Os seguimos animando a que participéis en la sección de “Curiosidades Analíticas”, enviándonos algunos aspectos o problemas que se os hayan presentado en vuestro trabajo del día a día.

Os recordamos que el objetivo principal es que todos veamos los problemas que pueden surgir con la Cromatografía y que no nos sorprendamos de si nos ocurre algo similar.

El Comité Editorial

Experience the quintessence

El sistema Milli-Q® Integral pone en su mano agua purificada y ultrapura.

- El concepto POD (punto de suministro) dual ahorra espacio convenientemente.
 - Reduce gastos de mantenimiento y de agua gracias a la exclusiva tecnología Elix®.
- Más información www.millipore.com/ultrapure



NOTICIAS DE LA SECyTA

XIII REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA

La XIII Reunión Científica de la SECyTA tendrá lugar en Tenerife, del 8 al 11 de Octubre de 2013 y se celebrará en el hotel Beatriz Atlantis & Spa**** que se encuentra en Puerto de la Cruz. El programa presentará los últimos desarrollos en técnicas analíticas de separación cromatográficas y afines, así como sus múltiples aplicaciones. La reunión estará estructurada en cuatro días con conferencias plenarias y presentación de comunicaciones orales (incluyendo una sesión para jóvenes investigadores), así como sesiones de carteles, seminarios de venta y exposición comercial. Además, SECyTA2013 estará conectada por primera vez con el 20th *International Symposium on Electro- and Liquid Phase-Separation Techniques (ITP2013)* que se celebrará en el mismo lugar entre el 6 y el 9 de octubre de 2013, lo que hará posible para aquéllos que lo deseen combinar la asistencia a ambos congresos de una manera muy asequible.

Tenerife tiene un clima óptimo durante todo el año y cuenta con paisajes únicos. La isla está bien conectada con un buen número de capitales de provincias españolas. Debido a que es un importante destino turístico, la capacidad de alojamiento es muy alta con hoteles modernos, confortables y económicos. El programa social incluye una visita al Parque Nacional de las Cañadas del Teide, Patrimonio de la Humanidad, así como otros eventos sociales para disfrutar de las tradiciones y la gastronomía canaria.

Programa Científico

El programa científico de la XIII Reunión Científica de la SECyTA contará con la participación ya confirmada de los siguientes conferenciantes invitados:

- Jonas Bergquist, Universidad de Uppsala, Uppsala, Suecia
- Elena Ibáñez, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC), Madrid
- María Luisa Marina, Universidad de Alcalá, Madrid
- Jesús Sanz, Instituto de Química Orgánica General (CSIC), Madrid
- Óscar Yanes, Universidad Rovira i Virgili, Tarragona

Además, en esta Reunión se presentarán otras comunicaciones orales y en forma de póster dentro de las siguientes áreas temáticas: Fundamentos y quimiometría, procesos industriales, técnicas ómicas, preparación de muestra, nuevos desarrollos e instrumentación, análisis medioambiental, análisis de alimentos, análisis clínico y farmacéutico, así como otras aplicaciones.

Comité Científico

Ana Agüera, Universidad de Almería • Coral Barbas, Universidad San Pablo-CEU • Jonas Bergquist, Universidad de Uppsala (Suecia) • Alejandro Cifuentes, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • María José González, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • Joan Grimalt, Institut de Diagnòstic Ambiental i Estudis de l'Aigua (CSIC) • Elena Ibáñez, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • Begoña Jiménez, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • María Luisa Marina, Universidad de Alcalá • Yolanda Picó, Universitat de València • Miguel Ángel Rodríguez Delgado, Universidad de La Laguna • Fco. Javier Santos Vicente, Universidad de Barcelona • Jesús Sanz, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • M^a Luz Sanz, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • Óscar Yanes, Universidad Rovira i Virgili.

Comité Organizador

Javier Hernández Borges, Universidad de La Laguna (Coordinador) • María Asensio Ramos, Universidad de La Laguna • Alejandro Cifuentes, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • Jordi Díaz, Universidad Ramón Llull • Virginia García Cañas, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • María José González, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • Miguel Ángel González Curbelo, Universidad de La Laguna • Belén Gómara, Instituto de Química Orgánica General (CSIC) • Miguel Herrero, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • Antonio V. Herrera Herrera, Universidad de La Laguna • Elena Ibáñez, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • Clara Ibáñez, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) •

Jose A. Mendiola, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • Miguel Ángel Rodríguez Delgado, Universidad de La Laguna • Carolina Simó, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC) • Bárbara Socas Rodríguez, Universidad de La Laguna • Alberto Valdés, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC).

Premios

Durante el desarrollo de la Reunión, tendrá lugar la IX edición de los premios José Antonio García Domínguez patrocinada por Bruker, que tienen por objeto reconocer el mérito científico de las comunicaciones sobre Cromatografía y sus Técnicas Afines, tanto orales como en forma de póster, presentadas por jóvenes investigadores en la XIII Reunión de la SECyTA. Estos Premios quieren honrar la memoria del Dr. José Antonio García Domínguez, investigador del Instituto de Química-Física Rocasolano (CSIC), pionero de la cromatografía de gases en España y uno de los fundadores del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA, actualmente SECyTA). En esta edición, los premios estarán compuestos por premios a mejor y segunda mejor comunicación oral (800 y 600 €, respectivamente) y premio al mejor y segundo mejor póster (400 y 300 €, respectivamente).

Adicionalmente, Sigma-Aldrich Química otorgará el accésit "Club de usuarios de SPME" para promover el uso y la innovación en la técnica "Microextracción en fase sólida (SPME)". En la página web del congreso se pueden consultar las bases de participación y otros detalles de ambas convocatorias (<http://secyta2013.webs.ull.es>).

Becas

Se aceptarán solicitudes de becas hasta el 30 de junio de 2013 respetando las tasas. La resolución de las becas se comunicará, de manera personal, con suficiente antelación al comienzo del congreso. Se habrán de cumplir para su solicitud los siguientes requisitos:

1. Ser miembro de la SECyTA.
2. Encontrarse en una de las siguientes situaciones:
 - estar realizando la tesis doctoral o un trabajo de investigación de máster o equivalente en un centro de investigación.

- encontrarse en una etapa post-doctoral en un centro de investigación dentro de los 2 años posteriores a la lectura de la tesis doctoral y tener una antigüedad como socio de la SECyTA de, al menos, 2 años.

3. No ser miembro de la plantilla laboral permanente de un centro de investigación.
4. Haber abonado la cuota de inscripción.

Fechas Clave

- Envío de comunicaciones: 14 de Junio de 2013.
- Cuota de inscripción reducida: 30 de Junio de 2013.
- Publicación del programa científico preliminar: 15 de Julio de 2013.

Inscripción y alojamiento

Estudiantes, miembros y no miembros de la SECyTA. Incluye acceso completo a las conferencias plenarias, sesiones paralelas, sesiones de pósteres, seminarios de venta y exposición, visita al Parque Nacional de las Cañadas del Teide y la Noche Canaria (Martes 8), cóctel de bienvenida (Miércoles 9), pausas para el café, almuerzos (Miércoles 9 y Jueves 10), cena de gala (Jueves 10) y cóctel de despedida (Viernes 11).

	Antes del 30 de junio de 2013	Después del 30 de junio de 2013
Miembros de la SECyTA	450€	550€
No miembros de la SECyTA	500€	600€
Estudiantes*	250€	300€
Acompañante**	250€	300€
Inscripción combinada (ITP2013 + SECyTA2013) para estudiantes*	475€	575€
Inscripción combinada (ITP2013 + SECyTA2013) para miembros de la SECyTA	675€	775€
Inscripción combinada (ITP2013 + SECyTA2013) para no miembros de la SECyTA	750€	850€

* Estudiantes. Será necesario demostrar la condición de estudiante a la hora de realizar la inscripción online. Aquellos estudiantes que soliciten la beca de la SECyTA deberán realizar el pago de la inscripción como cualquier otro participante.

Manejo Simplificado

Consiga límites de detección inferiores en matrices complejas con una menor preparación de muestra. El **GC-MS/MS** de triple cuadrupolo **Thermo Scientific TSQ 8000** proporciona unas prestaciones analíticas de máximo nivel junto con la productividad sin límites que usted necesita. Diseñado para el análisis de rutina, integra tecnología de triple cuadrupolo de alta eficacia con una completa solución de software para una simplicidad sin precedentes en MS/MS, desde el inicio del análisis hasta el informe final de resultados.

Resultados Brillantes

- Vea la mejor elección en GC-MS en thermoscientific.com/tsq8000

Thermo
SCIENTIFIC



Espectrometría de Masas transformada

Presentando las últimas novedades más revolucionarias en el campo de la Espectrometría de Masas: Los nuevos Espectrómetros Orbitrap™ Fusion™ Tribrid™ y TSQ Quantiva™, de Thermo Scientific, creados desde la base para ofrecer máximas prestaciones con mayor facilidad de uso. Con un poder analítico sin precedentes, ahora puede conseguir más resultados, con más confianza y más rápido que nunca.

Transforme su ciencia

thermoscientific.com/mstransformed



** Acompañante. Incluye la visita al Parque Nacional de las Cañadas del Teide y la Noche Canaria (Martes 8), cóctel de bienvenida (Miércoles 9), almuerzos (Miércoles 9 y Jueves 10), cena de gala (Jueves 10) y cóctel de despedida (Viernes 11).

Programa social

- Martes 8 de octubre de 2013. Visita al "Parque Nacional de las Cañadas del Teide", declarado patrimonio de la humanidad por la UNESCO.
- Martes 8 de octubre de 2013. Noche canaria.
- Miércoles 9 de octubre de 2013. Cóctel de bienvenida en las piscinas del Hotel Beatriz Atlantis & Spa.
- Jueves 10 de octubre de 2013. Cena de gala en "La Gañanía", Puerto de la Cruz
- Viernes 11 de octubre de 2013. Cóctel de despedida al finalizar la ceremonia de clausura de SECyTA 2013. Piscinas del Hotel Beatriz Atlantis & Spa.

Contacto

Secretaría Científica
Dr. Javier Hernández Borges
Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, ULL
E-mail: secyta2013@ull.es
Tel.: +34-922-318990

Secretaría Técnica
Sra. Cristina Durango
VIACONTE S.L.
E-mail: cristinadurango@viaconte.com
Tel.: +34-922-290933
Fax: +34-922-244984
Móvil: +34-636-957213

SIGMA-ALDRICH®

7º PREMIO Y ACCÉSIT "CLUB USUARIOS SPME"

Una nueva edición del premio "Club Usuarios SPME" con atractivas novedades.

Bases del Premio

Trabajos: Se podrán presentar al premio todos los trabajos sobre la técnica de SPME publicados o presentados a congresos, reuniones científicas u otros eventos científicos, entre el 1 de Diciembre de 2012 y el 31 de Octubre de 2013. Incluyendo aquellos presentados en SECyTA2013 que deseen optar al premio, enviando su trabajo a la secretaría del jurado. Todos los trabajos admitidos tendrán confirmación por parte de la secretaría del premio.

Premio: El premio será fallado durante la segunda semana de noviembre de 2013, comunicándose por escrito a los participantes. El premio, junto con el certificado de ganador, será entregado por la persona designada por Sigma-Aldrich en las instalaciones del ganador del premio antes de final de 2013.

El trabajo premiado podrá ser publicado (íntegro o resumido) en cualquiera de las revistas técnico-científicas editadas por Sigma-Aldrich (The reporter, Analytix y Boletín Usuarios SPME).

Jurado: El jurado se compone de los siguientes miembros:

D. Nour Kayali Sayadi. CAI-MASAS de UCM

D. Pedro Gutiérrez Rivas. Sigma-Aldrich Química

D. Fernando Lafont Deniz. SCAI de UCO

Dña. Susana Manrique Gutiérrez. Sigma-Aldrich Química

Susana Manrique Gutiérrez actuará como secretaria siendo ella la receptora de los trabajos que opten al premio vía e-mail o correo postal: susana.manrique@sial.com

Sigma-Aldrich Química. Ronda de Poniente, 3. 28760 TRES CANTOS (Madrid).

Bases del accésit

Trabajos: Participarán todas aquellas comunicaciones orales o póster que se presenten en la XIII Reunión Científica de la SECyTA que se celebrará en el Puerto de la Cruz, Tenerife, del 8 al 11 de octubre de 2013 y que tengan relación con la técnica SPME y sus aplicaciones.

Premio: El accésit se dará a conocer en la ceremonia de clausura de la XIII Reunión de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines, que se celebrará el 11 de octubre de 2013.

El trabajo premiado podrá ser publicado (íntegro o resumido) en cualquiera de las revistas técnico-científicas editadas por Sigma-Aldrich (The Reporter, Analytix y Boletín Usuarios SPME).

Jurado: El jurado será elegido por el comité organizador de la XIII Reunión Científica de la SECyTA.

NUEVOS SOCIOS DE LA SECYTA

1691

Rodríguez Serrano, Francisco Javier
Porto Alegre, 4 esc. dcha. 9-C
28925 ALCORCÓN (MADRID)

1692

Ayala Díaz, Juan Heliodoro
Departamento de Química Analítica, Nutrición y
Bromatología
Facultad de Química. Universidad de la Laguna
Av. Astrofísico Francisco Sánchez, s/n
38206 LALAGUNA (SANTA CRUZ DE TENERIFE)

1693

Trujillo Rodríguez, María José
C/ La Vera, 33
38390 SANTA ÚRSULA (SANTA CRUZ DE TENERIFE)

1694

González Hernández, María Providencia
C/ España, 20
38390 SANTA ÚRSULA (SANTA CRUZ DE TENERIFE)

1696

Rincón Rincón, Arturo Armando
C/ Adelantado, 36. Edificio Nivaria Portal H Piso 1-1
38201 SAN CRISTOBAL DE LA LAGUNA (SANTA
CRUZ DE TENERIFE)

1697

Ortiz Bolsico, Casandra
C/ Blasco Ibáñez, 44 Pta. 25
46970 ALAQUAS (VALENCIA)

1698

Calcerrada Guerreiro, Matías
Universidad de Alcalá. Departamento de Química
Analítica
Edificio Polivalente
Carretera Madrid-Barcelona km 33,600
28871 ALCALÁ DE HENARES (MADRID)

1699

Rodríguez Gómez, Rocío
Departamento de Química Analítica
Facultad de Ciencias. Universidad de Granada
Campus de Fuentenueva s/n
18071 GRANADA

1700

Álvarez Rivera, Gerardo
Trav. Vite de Arriba, 9
15705 SANTIAGO DE COMPOSTELA (A CORUÑA)

1701

González García, Estefanía
Avenida Viena, 4 2ºB
28822 COSLADA (MADRID)

1703

Rocío Bautista, Priscilla
La Mocana, 10
38300 LA OROTAVA (SANTA CRUZ DE TENERIFE)

1704

Baciu, Tatiana
Universitat Rovira i Virgili. Campus Sescelades
Marcel.li Domingo, s/n
43007 TARRAGONA

1705

Casado Agrelo, Jorge
Instituto de Investigación y Análisis Alimentario
Universidad de Santiago de Compostela
Constantino Candeira, s/n
15782 SANTIAGO DE COMPOSTELA (A CORUÑA)

1706

García Vázquez, Alejandro
Departamento de Química Analítica y Química
Orgánica (Lab. 324)
Facultad de Química. Universidad Rovira i Virgili
Marcel.lí Domingo, 2
43007 TARRAGONA



Alphagaz CO₂ SFC, la oferta de Air Liquide para cromatografía de fluidos supercríticos.

Air Liquide le ofrece a la industria farmacéutica la solución para sus necesidades de CO₂ líquido.

Una oferta que incluye el gas, la instalación y los servicios asociados. De este modo se garantizan la seguridad, fiabilidad y calidad en el suministro del gas de forma continua y estable a través de canalizaciones de distribución certificadas.

Alphagaz CO₂ SFC cumple con la farmacopea europea y se adapta a todos los equipos de SFC.

Confíe sus necesidades de CO₂ líquido a Air Liquide ya que cuenta con una amplia experiencia y tecnología patentada fiable y simple.

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.



El producto, la instalación y los servicios que su laboratorio necesita

29th INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON MICROSCALE BIOSEPARATIONS (MSB)

Charlottesville, USA, 10-14th March, 2013

The scientific meeting MSB 2013 was held at the University of Virginia, Charlottesville, on March 10th - 14th 2013. This meeting was aimed to include all major microscale bioseparation techniques including CE, nanoLC, microfluidics and Lab on a Chip devices. The program covered all aspects of capillary-scale separations, hyphenated detection methods, microfluidics, fundamental aspects of micro/nanofluidics and applications related to systems biology, pharmaceutical sciences, biotechnology, clinical diagnostics, food and health, nanoparticles, industrial chemicals and advanced detection and instrumentation.

MSB 2013 introduced some changes as compared with previous meetings. The first modification was introduced in the abstract submission in which figures, methods and a description of novelty was required. The reviewing process of abstracts was a blind process in order to ensure a high quality of the science presented. Finally, the presentation format was adapted to create an extended discussion period with each contribution, reducing the presentation time and extending the time for questions strictly moderated by the session chair.

The symposium started the first day with four parallel workshops followed by the open ceremony and the founders lecture offered by Prof. Barry L. Karger entitled "*Miniaturization in Separation Science: Past, Present and Future*". The day ended with the opening reception in which some refreshments and hors d'oeuvres were offered.

The second day started with the Arnold O. Beckman Medal Award to Prof. Stellan Hjertén for its outstanding achievements in the field of electrodriven separations in which the awarded gave an interesting lecture about his experience as a separation scientist. After the plenary lecture, a number of interesting oral presentations were split into two parallel sessions covering a diversity of topics. Different vendor seminars were also offered at lunch hours after which poster session took place.

Third day continued with several interesting oral presentations, vendor seminars and the poster session II. On Wednesday 13th, a Mini-Symposium entitled "*The Role of Analytical Separations in Forensic Exploration*" was offered in an additional parallel session. The MSB symposium continued with new speakers and poster session III. The day ended with the gala banquet in the alumni hall, in which exquisite food and good music were offered. In this gala, the best poster of each session was announced and these were for the contributions on different topics of John McLean (Vanderbilt University), Lewis Marshall (Stanford University) and Elena Domínguez Vega (Utrecht University).

Finally, the MSB 2013 was closed with the three oral presentations of the awarded posters on Thursday 14th followed by a closing ceremony and the MSB 2014 preview that will take place in Pécs (Hungary) on April 27th - May 1st 2014.

Elena Domínguez Vega

*Biomolecular Analysis group
Department of Pharmaceutical Sciences
Utrecht University*



CALENDARIO DE ACTIVIDADES

- 1. PREP 2013: International Symposium on Preparative and Process Chromatography**
 14-17 Julio de 2013. Boston, MA (EE.UU.)
 Contacto:
 PREP Symposium/Exhibit Manager
 Ms. Janet Cunningham
 Barr Enterprises
www.Linkedin.com/in/BarrEnterprises 301-668-6001
janetbarr@aol.com
www.prepsymposium.org
- 2. XVII EUROANALYSIS: European Conference on Analytical chemistry**
 25-29 Agosto de 2013. Varsovia (Polonia).
 Contacto:
 Maciej Jarosz & Ewa Bulska (Chairpersons)
 Wima Convention (Conference Secretariat)
secretariat@euroanalysis2013.pl
www.euroanalysis2013.pl
- 3. DIOXIN 2013: 33rd International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants**
 25-30 Agosto de 2013. Daegu (Corea del Sur).
 Contacto:
 Prof. Jae-Ho Yang (Chairman)
yangjh@cu.ac.kr
www.dioxin2013.org
- 4. 3rd European GCxGC Symposium**
 17-18 Septiembre de 2013. Niza (Francia).
 Contac to:
 Profesor Dr. Uwe Meierhenrich Instituto de Química de Niza) y LECO (Symposium organizers)
GCxGC@leco-europe.com
<http://www.events-gcxgc.eu/>
- 5. ITP 2013: 20th International Symposium on Electro- and Liquid Phase-separation Techniques.**
 6-9 Octubre de 2013. Tenerife (España).
 Contacto:
 Profs. Alejandro Cifuentes y Javier Hernández-Borges (Chairmen)
www.itp2013.ull.es
- 6. XIII Reunión de la SECyTA.**
 8-11 Octubre de 2013. Tenerife (España)
 Contacto:
 Profs. Miguel Ángel Rodríguez Delgado y Alejandro Cifuentes (Chairmen)
www.secyta2013.ull.es
- 7. Recent Advance in Food Analysis**
 5-8 Noviembre de 2013. Praga (República Checa)
 Contacto:
 Prof. Dr. Jana Hajslova (chair) and Prof. Dr. Michel Nielen (co-chair)
www.rafa2013.eu/RAFA_2013_flyer_1.pdf
- 8. ExTech 2013: 15th International Symposium on Advances in Extraction.**
 4-7 Agosto de 2013. João Pessoa - Paraíba (Brasil)
 Contacto:
 Prof.Dr. Fabio Augusto
extech2013@gmail.com
www.extech2013.com.br
- 9. 37th International Symposium on Capillary Chromatography And 10th GCxGC Symposium**
 12-16 Mayo de 2013. Palm Springs, CA (USA)
 Contacto:
<https://m360.casss.org/frontend/event.aspx?EventId=46811>
- 10. ICASS 2013: 59th International Conference on Analytical Sciences and Spectroscopy**
 26-28 Junio de 2013. Mont-Tremblant, Québec
 Contacto: Diane Beauchemin (Conference Chair)
Diane.beauchemin@chem.queensu.ca
www.csass.org/ICASS.html



INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

ARTÍCULOS DE INTERÉS

En los últimos años ha aumentado la preocupación por los contaminantes orgánicos persistentes (COPs) y sus efectos adversos sobre la salud humana (derivados principalmente de la exposición alimentaria) y sobre el medio ambiente, atrayendo la atención de científicos y organismos reguladores. Algunos COPs que están regulados actualmente por la legislación europea son bifenilos policlorados (PCBs), policlorodibenzo dioxinas y furanos (PCDD/Fs), hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs), polibromodifenil éteres (PBDEs) y pesticidas organoclorados. Sin embargo, determinados contaminantes orgánicos emergentes tales como nuevos retardantes de llama bromados (bis(2,4,6-tribromofenoxi) etano (BTBPE), decabromodifenil etano (DBDPE), etc.) aún no están regulados pero, debido a su uso reciente, ya han sido detectados en aves, mamíferos y matrices medioambientales y por ello deben ser vigilados.

La determinación simultánea de todos estos contaminantes es un verdadero desafío. Los procedimientos analíticos de preparación de muestra habitualmente utilizados (extracción por Soxhlet, extracción asistida por microondas o ultrasonidos, cromatografía de permeación en gel (GPC),...) requieren de mucho tiempo, grandes cantidades de disolventes y múltiples pasos de evaporación. Actualmente, algunos laboratorios están adoptando metodologías más sencillas, rápidas y que mejoran el rendimiento de preparación de muestras, como la extracción con líquidos presurizados (PLE) o el método QuEChERS.

Respecto a la identificación y cuantificación de los analitos, la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas en tándem (GC-MS/MS) con analizador de triple cuadrupolo (QqQ) se está erigiendo como una potente técnica por su alta selectividad y sensibilidad frente a la convencional GC-MS y por su facilidad de manejo y menor coste frente a MS de alta resolución (HRMS).

A continuación se presentan tres trabajos donde se proponen diferentes técnicas analíticas de preparación de muestra y determinación por GC-QqQ(MS/MS) para llevar a cabo este tipo de análisis.

“Determination of selected organic contaminants in soil by pressurized liquid extraction (PLE) and gas chromatography tandem mass spectrometry with in situ derivatization”

Beatriz Albero, Consuelo Sánchez-Brunete, Esther Miguel, Rosa A. Pérez, José L. Tadeo
Journal of Chromatography A, 2012, 1248, 9-17.

Los autores de este trabajo presentan un método para el análisis simultáneo de 40 contaminantes orgánicos (PAHs, PCBs, PBDEs, filtros UV, parabenos, bisfenoles y triclosan) en suelo.

El método desarrollado se basa en la extracción de las muestras de suelo mediante PLE, sin necesidad de una etapa adicional de purificación, seguida de la derivatización *in situ* y determinación instrumental por GC-MS/MS.

La extracción por PLE es una técnica que proporciona excelentes rendimientos y la posibilidad de integrar extracción y purificación en un solo paso. Tras evaluar los diferentes parámetros que afectan al procedimiento de PLE, éste se realizó por dispersión de la muestra con un material inerte, Spe-ed™ PSE, seguida de dos ciclos de extracción (10 min/ciclo) con mezcla acetato de etilo:metanol (90:10, v:v) a 80 °C y 120 bar, logrando un procedimiento de extracción rápido y eficiente.

El proceso utilizado de derivatización por sililación, utilizando bis(trimetilsilil)trifluoroacetamida (BSTFA) con 1% de trimetilclorosilano (TMCS) como agente derivatizante, mejora la volatilidad y el comportamiento cromatográfico de compuestos polares como parabenos y bisfenoles, y es necesario cuando se pretende separar y analizar este tipo de compuestos por GC. La derivatización se llevó a cabo de forma automática en el inyector del cromatógrafo de gases mediante inyecciones tipo sándwich del reactivo de sililación y la muestra (1:1). Los autores compararon este proceso frente a la derivatización manual, y escogieron la derivatización *in situ* por presentar ventajas como una mayor respuesta cromatográfica, menor uso de reactivos, evitar etapas preparativas y reducir el tiempo empleado, lo que disminuye los costes de análisis. Sin embargo, un inconveniente de la derivatización *in situ* es la proporción ligeramente mayor de



reactivo inyectado que con el tiempo podría influir en el rendimiento de la columna cromatográfica. A pesar de que el BSTFA es un agente agresivo para la fase estacionaria, el tiempo de vida de la columna es aceptable dada la pequeña cantidad que se inyecta en la columna.

El método validado se utilizó para analizar los contaminantes mencionados en muestras de suelo recogidas en campos agrícolas de diferentes regiones de España (Madrid, Guadalajara, Badajoz y Castellón) y confirmó la presencia de algunos de los contaminantes estudiados, siendo los PAHs los compuestos principalmente detectados a niveles más altos.

“High throughput sample preparation in combination with gas chromatography coupled to triple quadrupole tandem mass spectrometry (GC-MS/MS): A smart procedure for (ultra)trace analysis of brominated flame retardants in fish”

*Kamila Kalachova, Tomas Cajka, Chris Sandy, Jana Hajslova, Jana Pulkrabova
Talanta, 2013, 105, 109-116.*

Este trabajo presenta un método de GC-MS/MS con analizador de triple cuadrupolo (QqQ) en modo de ionización de electrones (EI) como una herramienta eficaz para el análisis de trazas de retardantes de llama bromados (BFRs) incluyendo PBDEs, pentabromotolueno (PBT), pentabromoetilbenceno (PBEB), BTBPE, DBDPE, etc. en alimentos y matrices ambientales.

Los autores comparan éste con otros métodos desarrollados paralelamente de GC-MS donde el QqQ trabaja como un cuadrupolo sencillo en modos EI e ionización química negativa (NCI). Cuando se quieren determinar compuestos bromados por GC-MS, el modo NCI es la opción preferida pues proporciona mayor sensibilidad y límites de cuantificación más bajos que EI, sin embargo, este modo de detección (que emplea el ion m/z 79 como ion de cuantificación) no es suficientemente selectivo.

Mediante la utilización de GC-EI-QqQ(MS/MS) se consigue mejor selectividad y sensibilidad en la determinación instrumental debido al uso de transiciones de masas altamente selectivas. Además, se observa una disminución significativa del ruido químico en los cromatogramas por lo que se obtienen límites de cuan-

tificación comparables a los obtenidos por GC-NCI-MS, haciendo posible la determinación fiable de BFRs incluso a niveles de ultra trazas.

Por otro lado, este estudio se sirve de un método de preparación de muestra simplificado, basado en una extracción QuEChERS con acetato de etilo y purificación en columna de sílice de pequeñas dimensiones, que permite preparar 6 muestras en una hora y utiliza cantidades reducidas de disolvente y otros productos químicos, logrando un alto rendimiento en el procedimiento de extracción de los analitos.

“Multi-class, multi-residue analysis of pesticides, polychlorinated biphenyls, polycyclic aromatic hydrocarbons, polybrominated diphenyl ethers and novel flame retardants in fish using fast, low-pressure gas chromatography–tandem mass spectrometry”

*Yelena Sapozhnikova, Steven J. Lehotay
Analytica Chimica Acta, 2013, 758, 80-92.*

En este estudio, los autores presentan un procedimiento analítico sencillo y rápido para el análisis simultáneo de una amplia gama de retardantes de llama (FRs) organoclorados, organobromados y organofosforados junto con otros tipos de COPs y pesticidas (13 nuevos FRs, 18 pesticidas, 14 PCBs, 16 PAHs y 7 PBDEs), mediante cromatografía de gases rápida y a baja presión acoplada a espectrometría de masas en tándem con analizador de triple cuadrupolo (LP-GC-QqQ(MS/MS)).

El método se basa en extracción QuEChERS con acetonitrilo, que permite la extracción rápida, eficiente y simultánea de analitos no polares y relativamente polares en una única etapa de extracción y disminuye considerablemente la cantidad de sustancias coextraídas (grasa y lípidos) en comparación con el uso de disolventes no polares como hexano o acetato de etilo. A este proceso le sigue una etapa de purificación mediante extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE), con un adsorbente a base de circonio, previa a la determinación instrumental por LP-GC-QqQ(MS/MS).

Este método rápido y sencillo permite preparar diez muestras en una hora, con un coste de preparación por muestra mucho menor que el de los métodos convencionales, utilizando pequeñas cantidades de disolvente para la extracción, lo que lleva a una reducción de residuos de disolvente y un mínimo impacto ambiental.

La LP-GC con una columna de 15 m proporcionó una óptima separación cromatográfica de los analitos en 9 min, en comparación con la GC convencional con columna de 30 m que requiere aproximadamente de 30 min. Además, la alta temperatura del inyector (420 °C) y del horno cromatográfico (320 °C) hace posible una rápida y eficiente transferencia de los analitos a la columna del cromatógrafo, así como su rápida elución. Únicamente se observaron dos coeluciones, los isómeros del benzofluoranteno y los PCBs 123 y 118, que se cuantificaron como suma de los isómeros o de los PCBs, respectivamente.

El método fue validado mediante el análisis de dos materiales estándar de referencia (SRMs 1974B, tejido de mejillón, y 1947, tejido de pescado del Lago Michigan) observándose buena correlación entre los resultados obtenidos y los valores certificados para ambos materiales. Posteriormente, para demostrar su aplicabilidad en muestras reales, se analizaron 21 muestras de pescado de diferentes países.

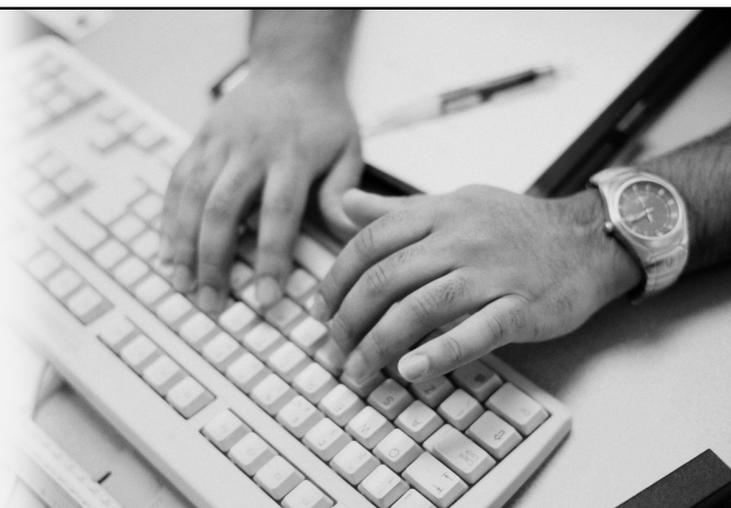
Como conclusión, son cada vez más necesarios métodos analíticos multiresiduo que sean rápidos, sencillos, económicos, sensibles y que permitan el análisis simultáneo de COPs y contaminantes orgánicos emergentes, incluso a nivel de ultra trazas. Es imprescindible prestar especial atención a la elección del procedimiento de preparación de muestra, tendiendo hacia estrategias sencillas, rápidas y que permitan extraer eficazmente los analitos de interés, así como al empleo de sistemas de MS con alta velocidad de barrido, sensibles, selectivos y de fácil manejo, que permitan monitorizar un gran número de compuestos a bajas concentraciones en una sola inyección cromatográfica. Todo ello con el objetivo de llevar a cabo un control eficiente de la contaminación, dados los riesgos potenciales de estas sustancias sobre el medio ambiente y la salud humana, y así contribuir a futuras regulaciones.

Ángel García-Bermejo Pérez

Instituto de Química Orgánica General, IQOG-CSIC

NOTA DE LA REDACCIÓN

*Desde el Comité Editorial
os animamos a que nos enviéis
toda aquella información
que consideréis de interés
(premios, jubilaciones, etc.)
para su difusión entre
los lectores del boletín.*





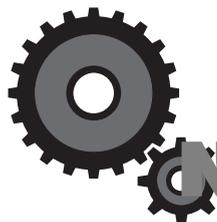
EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- **AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.**
Ctra. A-6, km 18,200
28230 LAS ROZAS (Madrid)
- **BRUKER ESPAÑOLA, S.A.**
Avda. Marie Curie, 5, Edificio Alfa - Pta. Baja
Parque Empresarial Rivas Futura
28529 RIVAS-VACIAMADRID (Madrid)
- **PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L.**
Avda. de los Encuartes, 19
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- **SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A.**
Ronda de Poniente, 3; 2ª Planta
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- **TEKNOKROMA ANALÍTICA, S.A.**
Camí de Can Calders, 14
08173 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- **THERMO FISHER SCIENTIFIC**
Valportillo I, 22; 1ª Planta
Edificio Caoba
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.**
Ronda Can Fatjo, 7-A
Parc Tecnologic del Vallés
08290 CERDANYOLA DEL VALLES
(Barcelona)

ASOCIADAS

- **AL AIR LIQUIDE ESPAÑA, S.A.**
Paseo de la Castellana, 35
28046 MADRID
- **GILSON INTERNATIONAL B.V.**
Avda. de Castilla, 1 Edf. Best Point Of. 9-12
Polígono Empresarial San Fernando
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- **INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.**
Avenida Cerdanyola, 73
08172 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)
- **IZASA, S.A.**
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **LECO INSTRUMENTOS, S.L.**
Avda. de la Industria, 43
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- **MICRÓN ANALÍTICA, S.A.**
C/Rafael Bergamín, 16B
28043 MADRID
- **MILLIPORE IBÉRICA, S.A.U.**
Avda. de Burgos, 144
28050 MADRID
- **SCHARLAB, S.L.**
Gato Pérez, 33
Polígono Industrial Mas D'en Cisa
08181 SENTMENAT (Barcelona)
- **SERVICIO Y MANTENIMIENTO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS, S.A.L. (SYMTA, S.A.L.)**
San Máximo, 31
28041 MADRID
- **S.I.A. ENGINYERS, S.L.**
Monturiol, 16, baixos
08018 BARCELONA
- **SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CARBUROS METÁLICOS**
C/Aragón, 300
08009 BARCELONA
Tif.: 902 13 02 02
oferta@carburos.com
- **SUGELABOR**
Sicilia, 36
28038 MADRID
- **VWR INTERNATIONAL - EUROLAB, S.L.**
Calle de la Tecnología, 5-17
A7 - Llinars Park
08450 Llinars del Vallés (Barcelona)



NOVEDADES TÉCNICAS

SIGMA-ALDRICH®

ANÁLISIS DE MICOTOXINAS. TODO LO NECESARIO SE ENCUENTRA EN SIGMA-ALDRICH

Preparación de la muestra. Nuevos Supel™ Tox SPE Cartridges



- Eliminación de interferencias en los análisis de micotoxinas.
- Mejor reproducibilidad que el estándar actual de la industria, columnas de inmuno afinidad.
- El tiempo asociado para la preparación de la muestra es hasta diez veces menor que el de columnas de inmuno afinidad.
- Metodología básica y rápida que requiere poco desarrollo de método.
- Mayor vida útil que las columnas de inmuno afinidad frente a la temperatura. No se requiere refrigeración para el envío y almacenamiento.

Todos los MR y MRC disponibles también desde Sigma-Aldrich

Más información: Pedro Gutiérrez, Tel. 91 657 20 65, e-mail: pedro.gutierrez@sial.com

Sample Purification Strategy for the Various Supel Tox SPE Cartridges

SPE Cartridge	Analyte(s)	Matrix	Purification Strategy
Supel Tox AflaZea	Aflatoxin and Zearalenone	Grains, feeds, TMR samples, peanuts, peanut products and aqueous solutions	Interference removal
Supel Tox DON	Deoxynivalenol (DON)	Wheat, flour and corn	Interference removal
Supel Tox Tricho	Trichothecenes (Type A and B)	Grains and complex matrices	Interference removal
Supel Tox TrichoBind	Trichothecenes (Type A and B)	Grains, feeds and other complex matrices	Multifunctional bind and elute
Supel Tox FumoniBind	Fumonisin (B ₁ and B ₂)	Grains and cereals	Multifunctional bind and elute
Supel Tox OchraBind	Ochratoxin A	Grain and feed samples	Multifunctional bind and elute

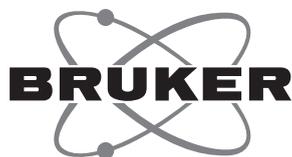
EL CATÁLOGO DE SUPELCO HA LLEGADO

El NUEVO catálogo impreso de Supelco ya está disponible desde Abril de 2013. Herramienta imprescindible para cada cromatografista.

- Más de 15.000 productos de alta calidad para cromatografía y productos de analítica.
- Aproximadamente 2.500 nuevos productos.
- Estándares y reactivos de las marcas Supelco y Fluka.
- Unos pocos cientos de aplicaciones con cromatograma.
- Más que una lista de productos – un apreciado recurso técnico.



Solicite su ejemplar ahora en:
www.sigmaaldrich.com/analytical-chromatography/supelco-catalog/request.html
 o llame al 900 10 13 76



Bruker Chemical Analysis

NUEVOS GC BRUKER SIN HELIO

Todos los usuarios de cromatografía de Gases estamos viendo cómo el suministro de Helio de calidad cromatográfica está subiendo de precio, y parece que puede seguir inestable en un futuro próximo. Atentos a cualquier tendencia a ese respecto, Bruker acaba de lanzar la versión sin Helio para los cromatógrafos de gases Bruker SCION 436 y 456. Dichos sistemas permiten el uso de Hidrógeno como gas portador, de forma segura, fiable y sin comprometer los resultados analíticos que hasta ahora estaba obteniendo.

El uso de Hidrógeno como gas portador es un viejo conocido de la comunidad cromatográfica, pero siempre las consideraciones de seguridad se han impuesto hacia el Helio como gas portador más habitual. Ahora, en vista de la situación a corto y medio plazo, Bruker ofrece una solución segura, fiable y sencilla para el uso de Hidrógeno. Este gas ofrece también ventajas analíticas, permitiendo una reducción en los tiempos de análisis sin perder eficacia de separación y por tanto reduciendo los costes de análisis de forma significativa.



Los sistemas Bruker GC SCION, ofrecen configuraciones especialmente diseñadas para el trabajo con hidrógeno, con sensores de fugas, firmware y software diseñados para una seguridad adicional. Estas mejoras han sido certificadas por una agencia de calificación externa garantizando su fiabilidad. Consulte con nosotros para incorporar esta mejora de productividad en su laboratorio, ahorrando costes y sin correr ningún riesgo.

CONFIGURACIONES ESPECIALES EN CROMATOGRAFÍA DE GASES, BRUKER GC SCION.

La cromatografía de gases es una técnica clásica de largo recorrido en todos los laboratorios. No obstante, siguen apareciendo problemas analíticos, nuevas normas y aplicaciones que renuevan su vigencia. Su ventaja fundamental sin duda es la versatilidad, su capacidad de personalización en función de las prioridades en cada determinación. Desde la rutina para el cumplimiento de normas ASTM, UOP, EN, ISO, GAP en el campo petroquímico y energético, hasta la investigación más puntera en energías alternativas, catálisis o ingeniería química. Para el análisis detallado de hidrocarburos, la caracterización de gasolinas convencionales o de competición, la destilación simulada o el análisis de gases, la respuesta es una configuración personalizada de cromatografía de gases Bruker.

Continuando con su apuesta por el conocimiento y la innovación, Bruker como fabricante de cromatografía de gases de última generación, no sólo ofrece los equipos, sino también las configuraciones personalizadas diseñadas para el cumplimiento de una norma específica, o una aplicación concreta. Bruker ofrece soluciones globales que integran el hardware, software, diseño de la configuración, columnas, accesorios, desarrollo de la aplicación, implementación y formación, un único interlocutor para ofrecerle la solución más eficaz y rentable.

Quizá el mejor exponente de este concepto de solución es el nuevo sistema **PIONA PLUS+™** de Bruker. El analizador es una solución inteligente de cromatografía de gases multidimensional configurada para la caracterización mediante el análisis de las distintas familias de hidrocarburos. El Analizador garantiza el cumplimiento de, entre otras, las siguientes normativas y estándares en la industria ASTM D6839, EN-ISO-22854, ASTM D5443, ASTM D1319, IP-382, IP-526, EN 14157, UOP 870 and DIN-51448.



El Bruker **PIONA PLUS+™** está diseñado para la combinación de columnas específicas con programas de temperatura optimizados con el fin de conseguir la separación de naftenos, parafinas e iso-parafinas por número de carbonos desde C4 hasta C11. Con otros sistemas tradicionales, esta separación puede tardar hasta 180 minutos; mientras que con el **PIONA PLUS+™** de Bruker, este tiempo se reduce prácticamente a la mitad (aprox. en 95 minutos). Para algunas determinaciones como la caracterización de gasolinas con aditivos oxigenados, el tiempo de análisis se reduce hasta 65 minutos, con resultados de acuerdo a la norma ASTM D6839. Una determinación tan difícil hasta ahora como el contenido total de olefinas, se simplifica extraordinariamente con el Bruker PIONA+. La estabilidad, capacidad de carga de muestra y tiempo de vida ha sido mejorado drásticamente para

satisfacer las necesidades del análisis de contenido total de olefinas. Con la optimización de la trampa de olefinas en el sistema es posible analizar con precisión contenidos del 35-40% o incluso mayores.

El analizador Bruker PIONA+™ es un ejemplo más de la innovación que Bruker aporta. Un sistema rápido, robusto y eficaz que ofrece los mejores resultados analíticos, reduciendo el mantenimiento, y aumentando por tanto la productividad drásticamente.

Para obtener más información de éste u otros analizadores Bruker, póngase en contacto con Bruker Chemical & Applied Markets en: info-bcad-spain@bruker.com

Dispone de información ampliada en la web: www.globalenergytesting.com, o en www.pionaplus.com



Bruker Chemical Analysis

Bruker Española, S.A.

Parque Empresarial Rivas Futura
C/ Marie Curie, 5. Edificio Alfa
28521 Rivas Vaciamadrid
(Madrid)
Tel. +34 91 4994634 / 4080
Fax +34 91 656 62 37
info-bcad-spain@bruker.com



Thermo SCIENTIFIC

SIMPLICIDAD EN LA OBTENCIÓN DE RESULTADOS EN MRM

Introducción

Las ventajas de la monitorización de reacciones seleccionadas (SRM) y reacciones múltiples (MRM) van acompañadas a menudo de algunos retos, especialmente en lo referente a la adopción de este tipo de métodos en el laboratorio. Estos retos pueden venir dados por la mayor complejidad en la implementación y optimización del espectrómetro de masas. Los laboratorios que desean beneficiarse de las ventajas de MS/MS deben superar algunas barreras en la programación y optimización de métodos para reducir el tiempo de puesta en marcha de los métodos en rutina. El sistema GC-MS/MS Thermo Scientific TSQ 8000 ha sido diseñado teniendo en cuenta la simplicidad como prioridad. Tanto si se inicia un nuevo método de análisis completamente nuevo, o se transfiere un método de GC-MS con analizador de cuadrupolo sencillo a un sistema de GC-MS/MS, como si se transfiere un método MRM desde otro instrumento, el sistema de GC-MS/MS TSQ™ 8000 asegura el camino más rápido a la obtención de resultados SRM de alta calidad.

Estudios AutoSRM

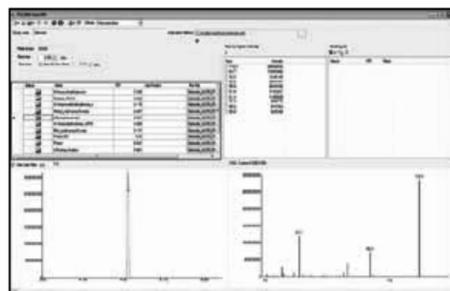
AutoSRM es un proceso compuesto de tres pasos:

- Paso 1: Estudio de iones precursores
- Paso 2: Estudio de iones producto
- Paso 3: Estudio de optimización SRM

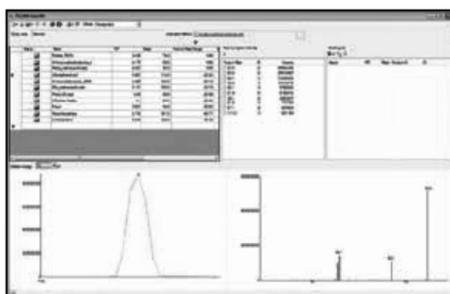
Paso 1: Estudio de iones precursores

El propósito de este primer paso es la selección de los iones precursores. Para iniciar este estudio, introducimos el nombre de los compuestos e indicamos al programa los viales con los patrones. AutoSRM programa el sistema TSQ 8000 para llevar a cabo un análisis en modo FullScan para los compuestos de interés. Como resultado, obtenemos los picos cromatográficos correspondiente a los compuestos indicados, junto con el espectro asociado y una lista de los iones más intensos que podemos seleccionar como iones precursores. Si se desea, AutoSRM puede seleccionar automáticamente los iones por nosotros.

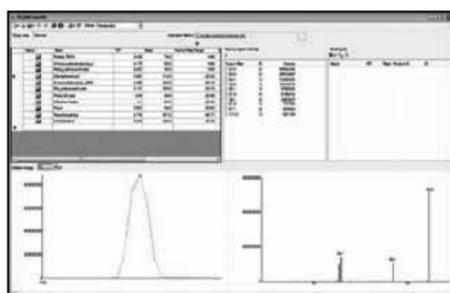
PASO 1:
Selecciona tus iones precursores



PASO 2:
Selecciona tus iones productos



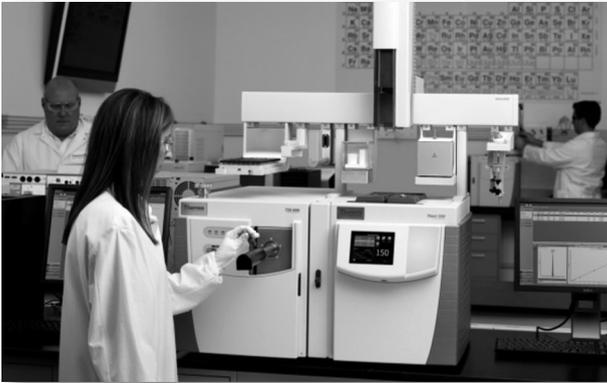
PASO 3:
Optimiza la energía de colisión para tus transiciones



Flujo de trabajo de AutoSRM

Figura 1: AutoSRM es el primer paso en la creación de nuevos métodos SRM. AutoSRM también puede utilizarse para el desarrollo de métodos SIM y para optimizar métodos SRM ya existentes (por ejemplo, con un nuevo gas de colisión).

Thermo
SCIENTIFIC



Paso 2: Estudio de iones producto

Una vez que hemos seleccionado nuestros iones precursores, es momento de localizar nuestros posibles iones productos. AutoSRM programa el sistema TSQ8000 para adquirir espectros de iones productos para los iones precursores seleccionados previamente a tres energías de colisión. No es necesario establecer nuevos métodos o secuencias para llevar a cabo este paso. AutoSRM se encarga automáticamente de ello. Como resultado, obtenemos los picos cromatográficos correspondientes, junto con el espectro de iones productos y una lista de los iones más intensos que podemos seleccionar como iones productos. Nuevamente,

si se desea, AutoSRM puede hacer esta selección automáticamente por nosotros. Desde aquí, podemos exportar nuestra lista de transiciones al método instrumental, o podemos enviar nuestras transiciones seleccionadas a un estudio de optimización SRM más completo.

Paso 3: Estudio de optimización de SRM

El paso final en el desarrollo de un método SRM es el paso de optimización de nuestras transiciones. Ahora que ya hemos seleccionado nuestros iones precursores y productos, AutoSRM las adquirirá a múltiples energías de colisión. Gracias a la elevada velocidad de adquisición del sistema GC-MS TSQ 8000, se pueden analizar hasta tres transiciones por compuesto, cada una de ellas a 10 energías de colisión diferentes, en una sola inyección. Esto nos proporciona un máximo bien definido para la energía de colisión, tal y como se muestra en la Figura 2.

Una vez completado, AutoSRM permite de manera sencilla la creación de un método de instrumento TSQ8000 listo para el trabajo rutinario.

Para obtener más información:
Teléfono 914 845 965
email: analyze.es@thermofisher.com
www.thermo.com/exactive

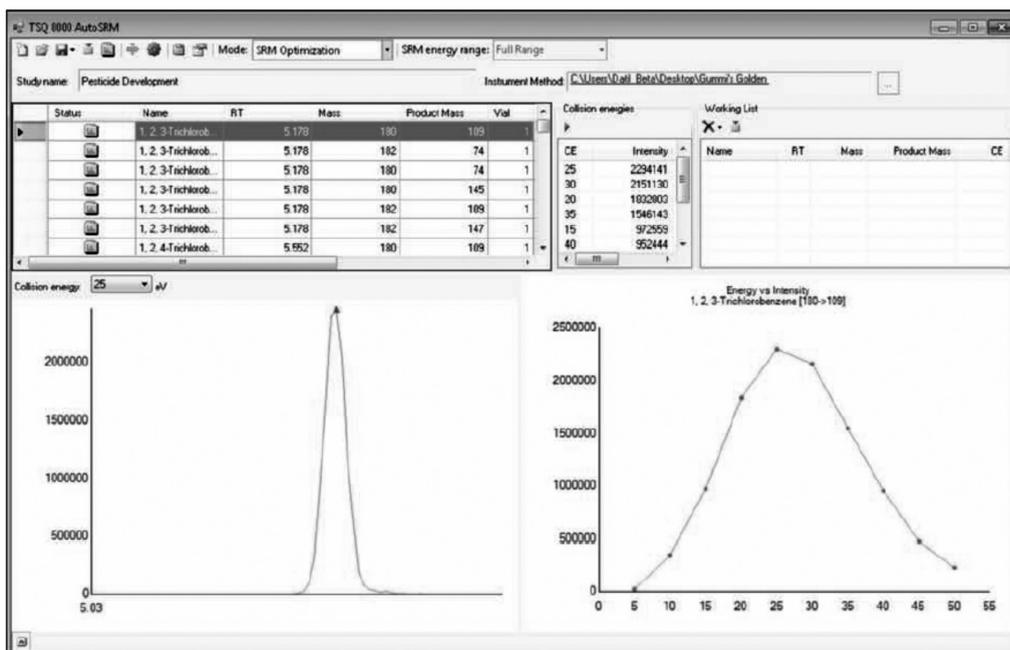


Figura 2: Curva de optimización de la energía de colisión para la transición m/z 180→109 de 1,2,3-triclorobenceno, mostrando un máximo de energía de colisión a 25eV. En este punto del proceso, las transiciones SRM optimizadas pueden exportarse directamente al método instrumental.



Delivering the Right Results

EL NUEVO SISTEMA DE ALTA RESOLUCIÓN PEGASUS GC-HRT DE LECO, con ionización por impacto electrónico (EI) e ionización química (IC) y espectrometría de masas de tiempo de vuelo de alta resolución (HRT), es una solución flexible y complementaria a los sistemas TOF actuales.

La alta sensibilidad, la resolución de picos y la reproducibilidad del sistema GC-TOFMS han hecho de la técnica una de las plataformas más utilizadas para el estudio del perfil metabólico en plantas y animales, así como en seguridad alimentaria, en el campo del petróleo y combustibles, y en el análisis de productos naturales. El sistema Pegasus GC-HRT de LECO proporciona beneficios adicionales, tales como menores tiempos de análisis, deconvolución efectiva del pico y capacidad de examinar un abundante conjunto de datos de nuevos materiales y muestras biológicas. Además, el uso de la instrumentación de alta resolución TOFMS reduce las interferencias de la matriz y permite la producción de datos precisos de masa exacta de alta calidad, necesarios para la determinación de fórmulas robustas, la identificación de metabolitos y la identificación y comparación con la biblioteca de bases de datos. En cuanto a las estrategias basadas en metabolómica y biología de sistemas, el nuevo sistema de alta resolución Pegasus GC-HRT de LECO ofrece las téc-

nicas de ionización EI, así como la ionización CI que se traduce en una identificación más segura de los metabolitos y es especialmente importante para el estudio de muestras biológicas donde la necesidad de la detección del ion molecular puede ser crítica.

LECO ha demostrado la aplicación y el valor de ambas ionizaciones por impacto de electrones (EI) y de ionización química (CI) con TOFMS de alta resolución en las áreas de Metabolómica, Petrolómica, Análisis Químico e identificación del analito con alta fiabilidad. En el análisis de extractos de polímeros, la ionización por EI y CI se mostró efectiva para obtener el perfil total de los analitos y proporcionar información valiosa para el control de calidad en la identificación de adulterantes. Complementar la información estructural obtenida con la fragmentación EI con la determinación de la fórmula molecular por CI, facilita la identificación de varios componentes traza en los extractos. Esto no habría sido posible sin la información de la ionización química CI y de la exactitud de masa exacta del sistema GC-HRT. El nuevo sistema de alta resolución Pegasus GC-HRT de LECO es ideal para la identificación de desconocidos y para obtener información valiosa para procesos y desarrollos sintéticos, el control de calidad de los productos y/o la identificación de los componentes biológicos sintéticos o naturales a partir de muestras complejas.

Más información:

LECO Instrumentos, S.L.
Tlf: 91 803 12 50
www.leco.es





ZB-SEMIVOLATILES CON TECNOLOGÍA ENVIRO-INERT™

Micron, distribuidor exclusivo de Phenomenex en España, se complace en presentar esta nueva columna de GC.

Una columna poco inerte produce una actividad elevada en la columna, lo que disminuye la sensibilidad ácido/base y provoca errores de identificación de los analitos y, por tanto, datos incorrectos.

Esta nueva columna ZB-SemiVolatiles es una columna de fase 5% fenil-arileno de muy bajo sangrado y con una sílica de alta pureza con tecnología Enviro-Inert™.

ZB-SemiVolatiles está diseñada con la nueva tecnología Enviro-Inert para garantizar:

- Un rendimiento inerte y resistente sin comprometer la separación.
- Una resolución mejorada de los pares clave fundamentales como benzo[b]fluoranteno y benzo[k]fluoranteno.
- Mejores formas de pico y respuestas de ácidos, aminas y PAHs.
- Bajo sangrado para detectores de masas.

No damos lugar a suposiciones sobre los requisitos del método gracias a la exhaustiva prueba de ZB-SemiVolatiles con dos mezclas diferentes. Añadimos analitos problemáticos de sus muestras a los compuestos habituales del método 8270D para nuestro test de Control de Calidad, de manera que podrá estar seguro de que su columna está preparada para satisfacer los requisitos del método.

Las columnas GC Zebtron han sido diseñadas por expertos científicos en GC de Phenomenex que crearon las principales tecnologías de J&W. Nuestra creatividad y nuestra experiencia en la fabricación de columnas de GC nos permite desarrollar continuamente nuevas fases reconocidas internacionalmente.

NEW!

ZB-SemiVolatiles
with Enviro-Inert™ Technology

“ This column has REDUCED TestAmerica's DOWNTIME and INCREASED our PRODUCTIVITY ”
- TestAmerica Laboratories, Inc. Buffalo

Zebtron
GC COLUMNS

phenomenex
...breaking with tradition™

Ofrecemos tecnologías punteras y soporte continuo para que sus análisis le resulten más sencillos: permita que la tecnología Zebtron le ponga a la vanguardia.

Micron Analítica, S.A.
Teléfono: 902 500 972
E-mail: info@micron-analitica.com



VÁLVULA SMARTOP® LA INNOVACIÓN AL SERVICIO DE LA ERGONOMÍA, LA CALIDAD Y SEGURIDAD PARA LOS GASES DE LABORATORIO DE LA GAMA ALPHAGAZ

El Grupo Air Liquide es el líder mundial en gases para la industria, la salud y el medio ambiente y está presente en 80 países con 46.200 empleados. El oxígeno, el nitrógeno, el hidrógeno y los gases raros han estado en el centro de las actividades de Air Liquide desde su creación en 1902. Por medio de estas moléculas, Air Liquide está constantemente reinventando su actividad, adelantándose a las necesidades de los mercados actuales y futuros.

El presente artículo explicará en primer lugar los beneficios previstos proporcionados por una nueva válvula innovadora y, en segundo lugar, mostrará los resultados de un estudio de investigación ergonómica realizado para obtener feedback de los usuarios.

Innovación SMARTOP®, es una válvula de botella patentada y diseñada por Air Liquide que incorpora muchas características nuevas que mejoran la calidad, la seguridad y el rendimiento de los productos de gases puros ALPHAGAZ. Lo primero que salta a la vista es que la válvula lleva una palanca, en lugar del volante convencional. La palanca hace que sea más fácil no solo abrir y cerrar la botella, sino también ver si la válvula está abierta o cerrada. Permite evitar fugas de gas que se deban a un cierre inadecuado de la válvula. La siguiente característica importante es el manómetro incorporado, que muestra en todo momento la presión que queda dentro de la botella. Una rápida comprobación del manómetro nos dice si la botella está llena o vacía, de modo que no hay necesidad de conectar un regulador a la botella para comprobar el contenido.

Otro aspecto que diferencia a esta válvula es la seguridad. El diseño incorpora lo que se llama una válvula anti-retorno ó válvula de presión residual (VNR-VPR) que se cierra automáticamente cuando la presión dentro de la botella alcanza un nivel bajo crítico. Dentro de la botella queda una pequeña presión residual para impedir que el aire o los contaminantes externos entren dentro de la botella si la válvula se deja abierta. La calidad del gas es la misma desde el principio hasta el final. La válvula tam-

bién cuenta con una limitación de caudal integrada para garantizar la apertura segura a presión elevada e impide la liberación rápida del gas que entro de la botella si la válvula se abre accidentalmente.



El estudio de investigación al servicio del usuario, se realizó para investigar los aspectos ergonómicos de la botella equipada con la válvula SMARTOP®. Se evaluó la facilidad de uso de dos tipos diferentes de válvulas de botella: válvulas tradicionales con volante y la válvula SMARTOP® con palanca.

El objeto del estudio fue la facilidad de uso de las botellas por parte del personal de laboratorio. Dentro de su actividad, el personal conecta las botellas para realizar análisis. Se definieron protocolos de conexión para preservar la pureza del gas.



Después de entregar un cuestionario preliminar a los usuarios, se identificaron las hipótesis sobre la facilidad de uso del producto de la siguiente forma: a) la válvula de botella tradicional plantea dificultades al usuario a la hora de abrirla; b) la válvula SMARTOP® es más eficaz en relación con la purga; c) la manipulación de SMARTOP® es más sencilla y proporciona una mayor eficacia a la hora de abrir y cerrar la válvula.

Estas hipótesis se evaluaron en primer lugar a través de entrevistas y después a través de un protocolo de conexión y desconexión de botellas de distintos tamaños equipadas con los dos tipos de válvulas, y finalmente se realizó un cuestionario final. Se pidió a una población de hombres y mujeres, con experiencia y sin ella, de distintas estaturas, que compararan el comportamiento de las botellas a la hora de utilizarlas. Se realizó un análisis biomecánico que muestra que la ganancia en confort es mayor en la articulación del codo que en el hombro o la muñeca.

El estudio confirma asimismo que con la válvula clásica, la fatiga se siente más en el hombro y en la muñeca, mientras que la válvula SMARTOP® mejora la sensación de confort. Muestra que la válvula SMARTOP® reduce la sensación de molestia en las articulaciones. Se produce una mejora significativa en los niveles de confort: un

14% en el hombro, un 58% en el codo y un 50% en la muñeca, incluso para los operarios de estatura baja.

Con la válvula tradicional, se siente mayor exigencia física con independencia del tamaño de la botella, mientras que con SMARTOP® se reducen significativamente las molestias. La exigencia de las tareas repetitivas se siente en menor medida con SMARTOP®.

La satisfacción de los usuarios es significativamente superior con la válvula SMARTOP®. Las personas expresan su satisfacción al usar SMARTOP®. Sin necesidad de hacer uso de un manual, ni de instrucciones, ni contar con ninguna experiencia previa, la válvula SMARTOP® es intuitiva a la hora de manipularla, lo que demuestra la facilidad para aprender a utilizarla. La seguridad mejora significativamente con el sistema SMARTOP®: porque la palanca de la válvula es mucho más sencilla de abrir y cerrar que el volante tradicional. En conclusión, la válvula SMARTOP® es sencilla de utilizar incluso para los nuevos usuarios. La palanca on/off aumenta la seguridad y la sencillez, puesto que su uso es muy intuitivo: el 92% de los operarios se sintió seguro al utilizarla. El estudio biomecánico de personal que conecta botellas de gas equipadas con la válvula SMARTOP® muestra una disminución del 30% en la media de movimientos molestos: la válvula SMARTOP® aumenta la eficacia de las operaciones.

ALTURA DEL USUARIO	ARTICULACIONES	CONFORT	VÁLVULA DE BOTELLA BOTELLA B50		CONFORT	VÁLVULA SMARTOP® BOTELLA B50		MEJORA CON SMARTOP®	
			ABDUCCIÓN ADUCCIÓN FRONTAL	FLEXIÓN EXTENSIÓN SAGITAL		ABDUCCIÓN ADUCCIÓN FRONTAL	FLEXIÓN EXTENSIÓN SAGITAL		
ALTA	HOMBROS	NO	105°		NO	60°		43%	
	CODO	NO			SÍ			27°	78%
	MUÑECA	SÍ			SÍ			15°	0%
MEDIANA	HOMBROS	NO	135°		NO	95°		30%	
	CODO	NO			SÍ			40°	73%
	MUÑECA								
BAJA	HOMBROS	NO	140°		NO	120°		14%	
	CODO	SÍ			SÍ			25°	58%
	MUÑECA	NO			SÍ			20°	50%



NUEVOS CARTUCHOS EXTRABOND® POLYU SCHARLAU

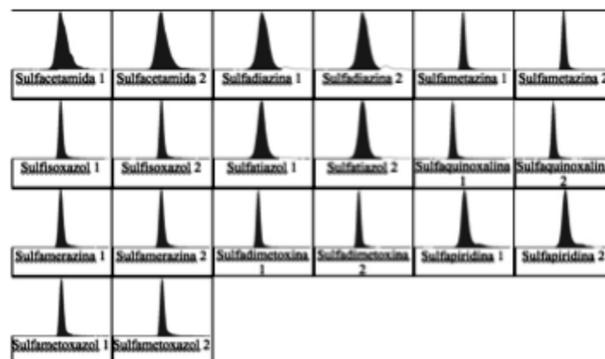
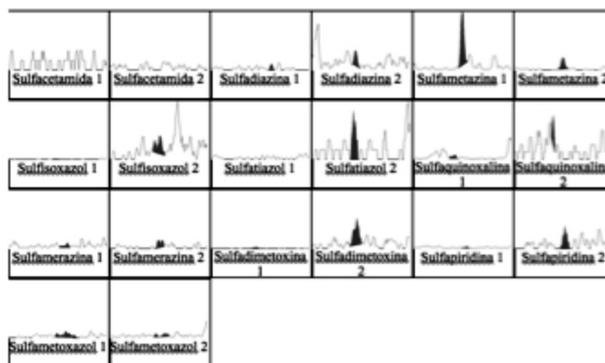
Scharlab presenta sus **NUEVOS** cartuchos **ExtraBond® PolyU** Scharlau. Son cartuchos poliméricos **ultralimpios y universales**. Se trata de un polímero ultralimpio de última generación con un comportamiento mixto hidrófilo/hidrofobo que le proporciona su amplia aplicabilidad. Con un área superficial de 850m²/g, está disponible en 30 y 60µm y en todos los formatos de cartuchos y placas.

Disponible en 5 polaridades distintas según su modificación:

- **UU. Fase polimérica hidrofílica/hidrofóbica.** Ultra-pura, de alta capacidad. Ideal tanto para análisis básicos como ácidos, polares y no polares.
- **CS. Fase polimérica hidrofílica/hidrofóbica modificada con intercambio catiónico fuerte SCX.** Actúa como una fase dual. Ideal para extracción de compuestos básicos (catiónicos) de biofluidos y muestras ambientales.
- **AS. Fase polimérica hidrofílica/hidrofóbica modificada con intercambio aniónico fuerte SAX.** Actúa como una fase dual. Muestra gran sensibilidad y selectividad para compuestos ácidos.
- **CW. Fase polimérica hidrofílica/hidrofóbica modificada con intercambio catiónico débil WCX.** Adecuado para la extracción de compuestos muy básicos de biofluidos, especialmente bases fuertes y aminas cuaternarias.
- **AW. Fase polimérica hidrofílica/hidrofóbica modificada con intercambio aniónico débil WAX.** Para la extracción de compuestos muy ácidos (aniónicos) en biofluidos.

Se han realizado numerosos estudios tanto en Scharlab como en laboratorios independientes que demuestran que los cartuchos ExtraBond® PolyU son excelentes. Mejoran a los cartuchos de reconocido prestigio que se han usado en la comparación tanto en recuperación como en limpieza de cromatogramas.

Para ampliar esta información o solicitar muestras de los cartuchos ExtraBond® contacte con: consultas@scharlab.com



SCHARLAB REFERENCIA B						
ÁreaISTD/Áreaanalito	Rept 1	Rept 2	Rept 3	PROMEDIO	DESVEST	C.V.(%)
Sulfacetamida 1	1.16	1.15	1.25	1.19	0.06	4.8
Sulfacetamida 2	0.47	0.46	0.49	0.47	0.01	3.08
Sulfametazina 1	0.26	0.27	0.24	0.26	0.02	5.95
Sulfametazina 2	0.22	0.21	0.21	0.21	0.01	4.34
Sulfisoxazol 1	0.45	0.45	0.43	0.44	0.01	2.51
Sulfisoxazol 2	0.50	0.44	0.49	0.48	0.03	6.25
Sulfamerazina 1	0.44	0.45	0.42	0.44	0.01	3.18
Sulfamerazina 2	0.41	0.40	0.39	0.40	0.01	1.66
Sulfadimetoxina 1	0.17	0.17	0.16	0.16	0.00	2.79
Sulfadimetoxina 2	0.23	0.22	0.23	0.23	0.01	3.43
Sulfapiridina 1	0.74	0.85	0.80	0.80	0.06	7.03
Sulfapiridina 2	0.68	0.70	0.69	0.69	0.01	1.31
Sulfametoxazol 1	0.68	0.72	0.64	0.68	0.04	5.79
Sulfametoxazol 2	0.50	0.47	0.49	0.49	0.01	2.96

NORMATIVA DE CONCESIÓN DE AYUDAS PARA LA ASISTENCIA A CONGRESOS Y/O REUNIONES

CONDICIONES PARA LA CONCESIÓN DE AYUDAS PARA LA ASISTENCIA A CONGRESOS / REUNIONES DE CARÁCTER NACIONAL E INTERNACIONAL (aprobadas por la Junta de Gobierno de la SECyTA en sesión celebrada el 31 de enero de 2013)

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

- 1.1. Ser miembro de la SECyTA.
- 1.2. Encontrarse en una de las siguientes opciones:
 - 1.2.1. realizando la tesis doctoral o un trabajo de investigación de máster o equivalente en un centro de investigación.
 - 1.2.2. en una etapa post-doctoral en un centro de investigación dentro de los 2 años posteriores a la lectura de la tesis doctoral y tener una antigüedad como socio de la SECyTA de, al menos, 2 años.
- 1.3. No ser miembro de la plantilla laboral permanente del centro de investigación.

2. Requisitos adicionales para la asistencia a las Reuniones Científicas de la SECyTA.

- 2.1. Se podrán conceder un máximo de 2 becas por investigador sénior (socio de la SECyTA) inscrito en la Reunión.
- 2.2. Sólo se podrá solicitar una ayuda por comunicación presentada en la Reunión.

3. Requisitos adicionales para la asistencia a Reuniones y/o Congresos Internacionales.

- 3.1. Encontrarse en una de las siguientes opciones:
 - 3.1.1. realizando la tesis doctoral o trabajo de investigación de máster o equivalente (como mínimo, en su segundo año) en un centro de investigación y tener una antigüedad mínima como socio de la SECyTA de 1 año.
 - 3.1.2. en una etapa post-doctoral en un centro de investigación dentro de los 2 años posteriores a la lectura de la tesis doctoral y tener una antigüedad como socio de la SECyTA de, al menos, 2 años.
- 3.2. No haber disfrutado de otra beca semejante concedida por la SECyTA durante la realización del trabajo de investigación.
- 3.3. 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.
- 3.4. El solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la página web de la Sociedad. Si se conceden más de una beca para la asistencia a un mismo congreso se podrá elaborar el informe de forma conjunta.
- 3.5. Tener aceptada una comunicación (oral o póster) en el congreso para el que se solicita la beca.

4. Requisitos adicionales para la asistencia a Reuniones y/o Congresos patrocinados por la SECyTA.

- 4.1. Ser miembro de la SECyTA con una antigüedad superior a 1 año.
- 4.2. No haber disfrutado de otra beca semejante en el mismo año natural.
- 4.3. El solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la Página Web de la Sociedad. Si se conceden más de una beca para la asistencia a un mismo congreso se podrá elaborar el informe de forma conjunta.
- 4.4. Tener aceptada una comunicación (oral o póster) en el congreso para el que se solicita la beca.

La solicitud junto con la documentación requerida debe enviarse a la SECRETARÍA de la SECyTA:

Dra. Belén Gómara
Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental
Instituto de Química Orgánica General, CSIC
Juan de la Cierva, 3. 28006-Madrid (España)
Tel. 91-5618806 (ext. 385). Fax: 91-5644853. e-mail: secretaria.secyta@gmail.com

Para más información sobre las becas para la asistencia a congresos y para acceder a los documentos necesarios, consultar la página web de la SECyTA.

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

Dra. Belén Gómara
Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental
Instituto de Química Orgánica General, CSIC
Juan de la Cierva, 3
28006-Madrid (Spain)
Tel. 91-5618806 (ext. 385)
Fax: 91-5644853
e-mail: secretaria.secyta@gmail.com

Cuota anual: 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 "BBVA" 0182/4162/27/0201530059 (Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas 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)
- ¿Autoriza incluir sus datos de contacto en la sección "Nuevos Socios" del Boletín de la SECyTA? SI NO
(Tache lo que NO proceda)

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRFÍA 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 2013

Firma:

Al servicio de la analítica



Health & Health Protection

- Drug Development & Production
- Pre- & Clinical Studies for New Drugs
- Quality Control of final Drug Products
- Therapeutic Drug Monitoring
- Doping Screening and Drugs of Abuse Assessment
- Monitoring of Biomarkers for Diseases e.g. for Cancer
- Solvents & Contaminants in Personal Care Products
- Workplace Air Monitoring for Industrial Hygiene or Air Monitoring in Schools

Food & Beverages

- Quality Control Food Production
- Nutritional Facts of Foods
- Food Monitoring
- Drinking Water Contaminants
- Alcohol content of wine, spirits
- Natural flavour labelling
- Water content of food

Environment

- Industrial Pollution Control
- Water Monitoring
- Urban Air Control (NO_x, SO₂, Ozone)
- Pollution of Beaches & Air due to Oil Spills
- Research

High end Science

- Space Research
- Metabolomic Systems
- Proteomics, Peptide Mapping
- Material Science

Products of Daily Life

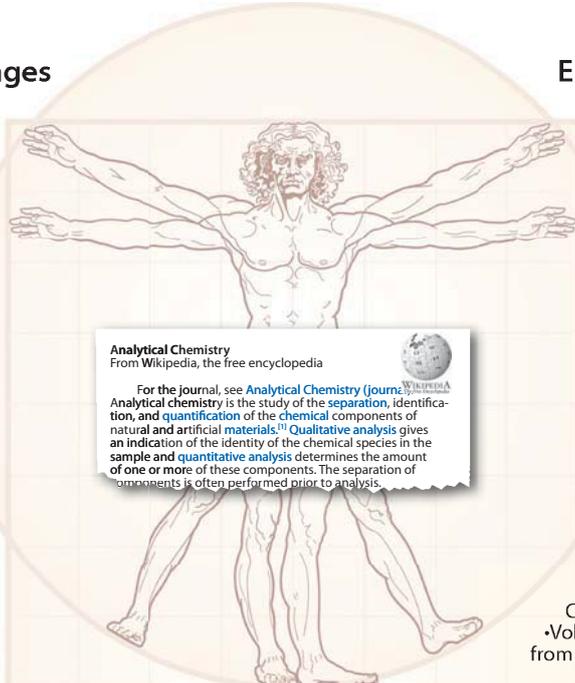
- Metal content in plastics such as toys
- Dyes and softeners leachable from plastic ware
- Cosmetics & Personal Care Products
- Volatiles & Leachables from Materials

Industry & Production

- Quality Control of Raw Materials
- Process Control & Optimisation
- Product Purification
- Final Product QC
- Industrial Hygiene

Traffic

- Biofuel, Fuel & Lubricant Composition
- Car Interiors
- Car Exhaust Emission Sampling
- Monitoring Road Side Pollution
- Road Works



Respaldo todas sus necesidades de Analisis y Purificacion

- Columnas/Accesorios HPLC
- Tubos/Cartuchos/Manifolds SPE
- Columnas/Rellenos Cromatografía Flash
- Columnas/Liners/Purificadores en GC
- Reactivos Analítica
- Fibras/Soportes SPME
- Estandares Químicos
- Productos para Valoraciones

Mas informacion, llamando al 900 101 376 / 91 657 20 65 o serviciotecnico@sial.com

Sigma-Aldrich Quimica
Ronda de Poniente, 3
28760 TRES CANTOS

sigma-aldrich.com/analytical

PREMIADO CON EL PITTCON EDITOR'S AWARD
DE ORO 2012 AL MEJOR PRODUCTO NUEVO

waters.com

PRESENTAMOS ACQUITY UPC²

LAS SEPARACIONES MÁS DIFÍCILES.
AHORA, EXPONENCIALMENTE
MÁS FÁCILES.

UltraPerformance Convergence Chromatography.™

Con el sistema ACQUITY UPC²™ de Waters, podrá finalmente preparar, analizar y comprender compuestos que eran demasiado complejos para las tecnologías LC y GC tradicionales. Ahora, yendo más allá de las técnicas de LC y GC, estará usted abriendo las puertas para afrontar nuevos retos, haciendo de lo imposible, una cuestión de rutina. Esto es ACQUITY UPC², un mundo de posibilidades exponenciales. **Para conocer las posibilidades en su campo, visite waters.com/UPC2.**



Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Ciencias de la vida y farmacéutica | Alimentación | Medio ambiente | Clínica | Análisis químico