

**C**romatografía y

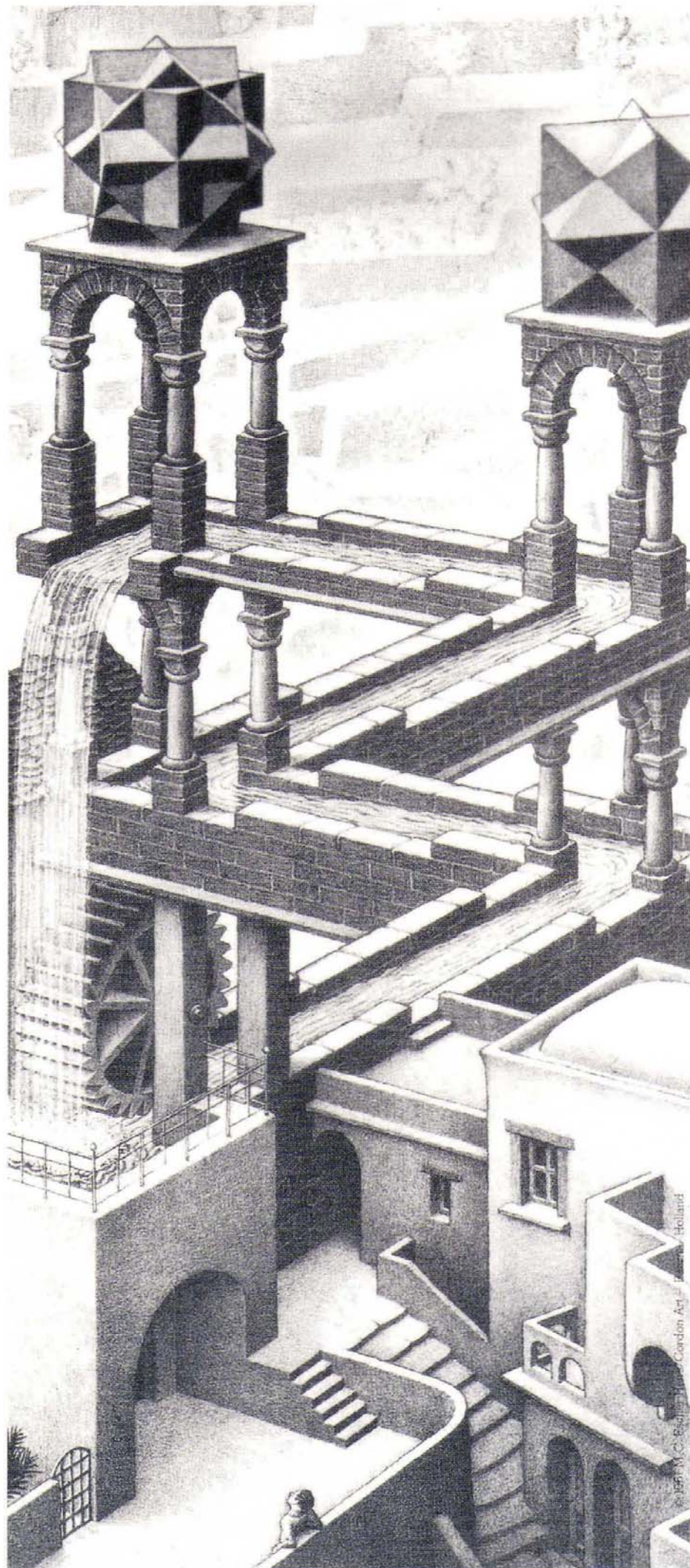
**T**écnicas

**A** fines



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

**Volumen 12. Núm. 2 (1991)**



## Imagine las ventajas de integrar HPLC y electroforesis capilar.

Imaginar cómo trabaja un sistema cerrado de agua, puede ser *difícil*.

Imaginar la confirmación rápida de resultados HPLC utilizando electroforesis capilar (CE) puede ser también difícil.

Hasta ahora. Hasta que Beckman ha integrado HPLC y CE.

### **Integración parcial o total.**

Con el Sistema P/ACETM 2100, la CE puede integrarse *parcialmente* con *cualquier* sistema de LC, o *totalmente* a un sistema Beckman.

La integración total, que nosotros llamamos LCCE, le permite controlar LC y CE desde el mismo ordenador simultáneamente.

### **Software optimizado para LC y CE.**

Para obtener resultados cuantitativos precisos y reproducibles en CE, el software GOLD calcula automáticamente la movilidad, área y tiempo de migración corregidos, no consume más tiempo en cálculos post-análisis.

Además le proporcionará comparaciones rápidas entre resultados de HPLC y CE.

**Beckman - líder mundial en electroforesis capilar.**



# BECKMAN

INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

Avda. del Llano Castellano, 15  
28034 MADRID (91-358 00 51)  
Sabino de Arana, 46-48  
08028 BARCELONA (93-339 97 16)

## **CROMATOGRAFIA Y TECNICAS AFINES**

Madrid, diciembre de 1991. Vol. 12, núm. 2

Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines  
(Real Sociedad Española de Química)

### **INDICE**

- 58 Editorial.
- 59 **NOMENCLATURA**  
Cromatografía: términos y definiciones.
- ARTICULOS**
- 62 Extracción con fluidos en estado supercrítico. Aplicación a los alimentos, por M.T.G. Hierro y G. Santa-María.
- 69 Aplicación de la cromatografía líquida de alta eficacia en fase micelar a la determinación de las constantes de asociación soluto-micela, por M.A. García, J.M. Saz, S. Vera y M.L. Marina.
- INFORMACION BIBLIOGRAFICA**
- 74 Reseña de libros.
- 75 Comités editoriales.
- 77 Artículos de interés.
- INFORMACIONES**
- 79 Calendario de actividades.
- NOTICIAS DEL GCTA**
- 80 Reunión científica anual.
- 80 Asamblea anual
- 82 Nuevos socios.
- DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS**
- 87 Determinación de hidrocarburos alifáticos y aromáticos con un cromatógrafo supercrítico Lee 600, por F. Armijo Castro y J.C. Mena
- 90 Novedades técnicas

Editora: – Isabel Martínez Castro  
Instituto de Química Orgánica General, CSIC  
Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid, tel. 262 29 00, ext. 212, fax 564 48 53.

Publicidad: – José Luis Andreu  
Instituto de Fermentaciones Industriales, CSIC  
Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid, tel. 262 29 00, ext. 288, fax 564 48 53.

Comité Editorial: – X. Guardino, M.J. González, M.D. Cabezudo, C. Sáiz, B. Hermosín, I. Katime y C. Gutiérrez Blanco.

Depósito legal: M-1902-1975

Imprime: Helios, S.A., Conde de Cartagena, 18, Tel. 551 38 94 - 28007 Madrid.

# Editorial

Una vez más aprovecho la oportunidad que me brinda esta sección editorial para dirigirme a todos los miembros del GCTA no sólo para desearos un próspero año 1992, sino también para reflexionar sobre algunas de nuestras actividades durante 1991. En este sentido, un aspecto que quiero destacar son los constantes comentarios favorables que recibo sobre el nuevo formato y contenido del boletín. Indudablemente, basta compararlo con otros editados por otras sociedades nacionales y europeas para comprobar su mejor aspecto y calidad lo cual, como sabemos muy bien todos los que desde la junta directiva estamos más o menos vinculados a la gestión del grupo, es un mérito exclusivo de Isabel Martínez Castro, eficazmente ayudada por José Luis Andreu y hasta hace poco también por Guillermo Reglero. Creo que es justo que todos sepamos y apreciemos el esfuerzo y dedicación que exige la redacción, composición y edición del boletín que en la actualidad constituye el mejor vínculo de comunicación y difusión de la imagen del GCTA.

Otra actividad que ciertamente contribuye a la proyección de nuestra entidad, ya no sólo dentro de nuestras fronteras sino también fuera de ellas es nuestra reunión científica anual, la última de las cuales acaba de celebrarse en San Sebastián con pleno éxito tanto de asistencia como de programa, a juzgar por las valoraciones recibidas. Partiendo de la positiva experiencia adquirida en la reunión de Reus, la reunión de este año estuvo precedida por tres cursos especializados sobre cromatografía de gases con columnas capilares, cromatografía líquida y sistemas combinados de cromatografía y espectrometría de masas. El éxito en asistencia en este segundo intento parece confirmar que el GCTA puede ocupar una posición importante en la organización periódica de cursos especializados, como así se hizo constar en la asamblea celebrada durante la reunión. Por cierto, pienso que sería conveniente que las deliberaciones de la asamblea quedasen reflejadas en el boletín, cosa que espero conseguir en el próximo número. Por otro lado el formato de esta XX Reunión, volvió a gravitar sobre las conferencias de personalidades invitadas y las comunicaciones en forma de paneles y este año gracias a las importantes subvenciones conseguidas por la organizadora de la reunión, la doctora Carmen Dorransoro, especialmente del Gobierno e instituciones vascas, la junta directiva ha podido conceder todas las becas solicitadas que han sido más de 30 por un importe total de 1.700.000 pesetas. Sin embargo en el aspecto negativo dadas las limitaciones de espacio del por lo demás confortable y bello palacio de Miramar, de San Sebastián, sede de la reunión, no fue posible organizar una exposición

comercial, situación que no obstante esperamos corregir en la próxima reunión de 1992.

Por otro lado tal como ya he comentado, la reunión del GCTA, aunque nacional, pienso que tendría que tener una mínima y necesaria proyección internacional como testimonio de la vitalidad de la cromatografía en España. A tal efecto y aparte de la invitación de cuatro conferenciantes extranjeros, gestioné con Elsevier la publicación de los trabajos de la reunión, o bien en un volumen especial de "Journal of Chromatography", o como sección definida dentro de un volumen regular, en el caso de no alcanzar un número suficiente de manuscritos. He de confesar que el éxito ha sorprendido a la propia empresa, ya que sobre 108 trabajos presentados en la reunión, se han recogido casi 40 manuscritos que actualmente están en proceso de revisión de acuerdo con los procedimientos habituales.

Me gustaría poder informar en el próximo boletín que la mayoría han superado este proceso y que hemos conseguido la edición de un número especial para los trabajos de la XX Reunión del GCTA en el "Journal of Chromatography", ya que estoy seguro que la salud y vitalidad de la cromatografía en España es buena y desde luego muy superior por ejemplo a la de la Espectrometría de Masas, una de las técnicas afines en el GCTA cuya proyección científica es prácticamente nula, tal como desgraciadamente he podido constatar en la exhaustiva búsqueda bibliográfica realizada para la preparación de mi conferencia plenaria en la 12ª International Mass Spectrometry Conference, celebrada el pasado mes de agosto en Amsterdam. En este caso de un total de casi 4.000 trabajos publicados en los últimos tres años, la contribución española no llega a los 25. Sin duda, esta no es la situación de la cromatografía en España, aunque si es cierto que por un lado se genera material de calidad que no se publica por motivos diversos y por otro existe material que intenta publicarse pero que no reúne las mínimas condiciones, lo cual no deja de ser preocupante ya que en ambos casos, aparte de las restricciones propias de la investigación clasificada el denominador común puede ser la inexperiencia o falta de madurez del investigador en la divulgación de sus resultados o incluso en el diseño de un robusto protocolo analítico capaz de resistir las críticas de los revisores externos.

Como siempre reitero mi paciente espera de sugerencias para incrementar la vitalidad y utilidad de GCTA, ya que continúo insistiendo en que sin la participación activa de sus miembros, el grupo no tendría razón de ser.

*E. Gelpí  
(Presidente)*

# Cromatografía: términos y definiciones

I. Martínez Castro y J. Sanz

Tal como se ha venido haciendo en los dos últimos números del Boletín, continuamos con la recogida de lo ya publicado en números anteriores sobre Nomenclatura Cromatográfica.

La serie que aparece hoy fue publicada en el volumen 6 (1985) pág. 31-32. Todos los términos se refieren a la introducción de muestras en cromatografía de gases: como el punto de partida ha sido la nomenclatura inglesa, los vocablos correspondientes se han indicado entre paréntesis.

## SECCION II. CROMATOGRAFIA DE GASES

56. INYECCION INSTANTANEA (FLASH INJECTION)

57. EVAPORACION INSTANTANEA (FLASH VAPORIZATION)

58. INYECCION EN FRIO (COLD INJECTION)

59. DIVISOR DE FLUJO (SPLITTER)  
DIVISION DE FLUJO (SPLITTING)

Dispositivo situado en el inyector que divide el flujo del gas portador en proporción variable, enviando una parte a la columna y el resto fuera del sistema.

60. CON DIVISION DE FLUJO (SPLIT MODE)

Modalidad de inyección en c. capilar que consiste en introducir en la columna sólo parte de la muestra inyectada.

61. SIN DIVISION DE FLUJO (SPLITLESS MODE)

Modalidad de inyección en c. capilar que consiste en suprimir la división de flujo durante cierto tiempo con objeto de que la mayor parte de la muestra inyectada alcance la columna.

62. PARADA DE FLUJO (STOP-FLOW)

Variante de la modalidad de inyección con división que consiste en interrumpir el flujo durante unos segundos con el fin de facilitar la homogeneización de la muestra con el gas portador antes de la división.

63. EN COLUMNA (ON-COLUMN)

Modalidad de inyección que consiste en introducir la muestra directamente en la columna, usualmente sin vaporización previa.

64. INYECTOR CON TEMPERATURA PROGRAMADA (PTV)  
PTV (PROGRAMMED TEMPERATURE VAPORIZER)

Dispositivo que permite evaporar la muestra inyectada en condiciones controladas de tiempo y temperatura.

65. ZONA SIN RETENCION (RETENCION GAP)

Espacio inicial sin fase estacionaria en la columna capilar, que sirve para soslayar los efectos de la presencia de grandes cantidades de disolvente en las inyecciones "sin división" o "en columna".

66. EFECTO DE DISOLVENTE (SOLVENT EFFECT)

Aplicable a una serie de alteraciones en la forma de las bandas de los solutos que condensan o se coeluyen con un gran exceso de disolvente u otro pico mayoritario que produce el mismo efecto.

67. EFECTO DISOLVENTE INVERSO (REVERSE SOLVENT EFFECT)

EFECTO INVERSO DE DISOLVENTE  
Es el producto sobre los picos que se eluyen inmediatamente antes del disolvente.

★ ★ ★

Si desea hacerse socio del GCTA rellene y envíe el siguiente boletín de inscripción a la tesorería:

Dr. Luis Comellas Riera  
Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines  
Instituto Químico de Sarriá  
C/ del Instituto Químico de Sarriá, s/n. - 08017 Barcelona

acompañado de la correspondiente autorización bancaria. Precio 1992: 3.000 Ptas.  
Señale la dirección en la que desea recibir la correspondencia.

**REAL SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUIMICA  
GRUPO DE CROMATOGRAFIA Y TECNICAS AFINES**

HOJA DE INSCRIPCION

Apellidos ..... Nombre .....

Ciudad ..... (CP .....

Calle ..... núm. ....

Industria u organización .....

..... Ciudad ..... (CP .....

Calle ..... núm. ....

Firma

---

Sr. Director del Banco/Caja de Ahorros .....

Sucursal .....

Dirección ..... Ciudad .....

D. ....

con domicilio en .....

y con cta. cte. / libreta de ahorro núm. .... en esta sucursal, ruega a usted se digne dar las órdenes oportunas para que con cargo a dicha cuenta sean abonados los recibos de mi cuota anual de socio que les serán presentados al cobro por la Real Sociedad Española de Química.

Atentamente le saluda,

Firma



# EXPERIENCIA

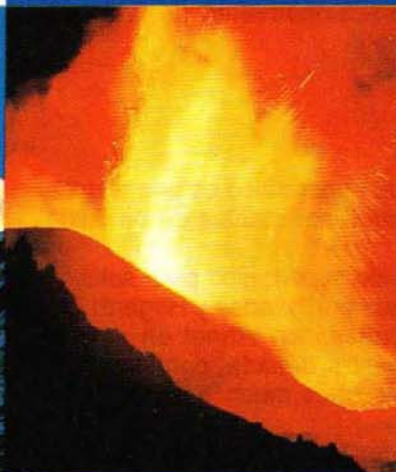
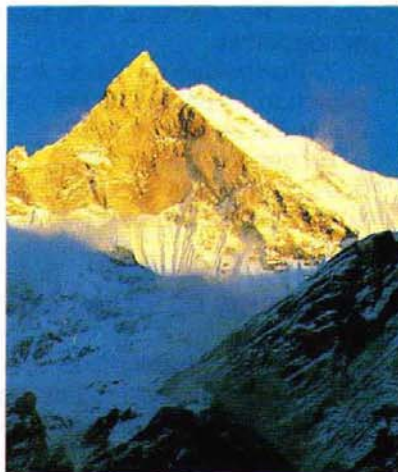
Con 95 años en el mundo de la Instrumentación Analítica, Unicam ofrece confianza, productos fiables y servicio responsable

# FIABILIDAD

y una dedicación dirigida a resolver los problemas analíticos de sus clientes.

Expertos, fiables y sólidos.

Unicam hoy le garantiza un apoyo sin igual.



# SOLIDEZ

- Espectrofotómetros de UV/Visible
- Espectrómetros de FTIR
- Espectrómetros de Absorción Atómica
- Espectrómetros de Plasma (ICP)
- Cromatógrafos de gases
- Cromatógrafos de líquidos de alta eficiencia
- Equipos de electroquímica

Unicam Ibérica, S. A.

- Madrid Tef.: (91) 404 32 00
- Cataluña Tef.: (93) 336 10 61
- País Vasco Tef.: (94) 476 32 48
- Asturias Tef.: (985) 25 74 12
- Andalucía Tef.: (956) 54 03 95
- Levante Tef.: (96) 376 10 53

**UNICAM**  
SISTEMAS ANALITICOS

# INNOVACION

Ahora, como parte de Analytical Technology Inc.-  
—Grupo dedicado al mercado analítico mundial—.

Unicam está forjando el futuro.

# DINAMISMO

Con energía, recursos, servicios y productos innovadores.

Innovadores, Dinámicos e Imaginativos.

Unicam hoy le impresionará.

# IMAGINACION

# Extracción con fluidos en estado supercrítico. Aplicación a los alimentos

M.T.G. Hierro y G. Santa-María

Instituto de Fermentaciones Industriales (C.S.I.C.)

Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid

## RESUMEN

La extracción con fluidos supercríticos es una técnica en desarrollo que estudia el poder solvente de un fluido por encima de su punto crítico. Las propiedades físico-químicas de los fluidos supercríticos (altos valores de densidad y coeficientes de difusividad, bajos valores de viscosidad) proporcionan las ventajas de esta extracción con respecto a las extracciones líquido-líquido.

En las dos últimas décadas el procesado de los alimentos por medio de la extracción con fluidos supercríticos ha experimentado un gran desarrollo, desde la descafeinización del café hasta la obtención de aceites vegetales y el fraccionamiento de la grasa láctea.

## INTRODUCCION

La extracción con fluido supercrítico es una técnica que estudia las propiedades solvatantes de un fluido cerca del punto crítico.

La habilidad de un fluido supercrítico para solubilizar sólidos fue ya señalada por Hannay y Hogarth (1), al solubilizar sales metálicas en etanol en estado supercrítico. Hoy, en nuestra década, continúan los estudios de solubilidad de otros muchos compuestos en fluidos supercríticos.

Ya en la década de los años 50 se usó la SFE (extracción fluido supercrítico) para la extracción de las fracciones ligeras del residuo de la destilación comercial del crudo (2). En la década de los años 70, los productos comestibles llegaron a ser el centro de atención de la SFE. Muchas patentes resultaron de estos primeros estudios sobre café, especias, tabaco, té, etc... En 1979, Hag (F.R.G.) construyó la primera planta a escala industrial usando SFE para extraer cafeína de los granos de café sin tostar (3).

En la década de los años 80 se ha incrementado la atención hacia la SFE como un medio para realizar preparaciones de muestras en química analítica. En los análisis de GC y LC se encuentran a menudo muestras sólidas o semisólidas que deben ser previamente puestas en estado líquido (4). Las técnicas de extracción sólido-líquido son ampliamente utilizadas para el aislamiento de solutos a partir de matrices sólidas. Estas técnicas son muy lentas y en ciertos casos laboriosas, no muy selectivas y con rendimientos no demasiado altos.

En comparación, las principales ventajas de la SFE son:

- 1.-Eficiencia mejorada en tiempos de extracción.

Por ejemplo, en comparación con la extracción Soxhlet se reduce de horas a minutos.

- 2.-El uso, generalmente, de un solvente de extracción no tóxico y barato.

- 3.-Potencial extracción de compuestos termolábiles.

- 4.-Fácil separación de los solutos del fluido supercrítico. En las extracciones convencionales con solventes, no es posible, a menudo, eliminar completamente el solvente, lo cual crea contaminaciones indeseables del producto. Estos problemas son particularmente importantes en el procesado de alimentos.

- 5.-Posibilidad de realizar fraccionamientos.

- 6.-Compatibilidad del método con otros métodos on-line. Por ejemplo, el acoplamiento de técnicas cromatográficas.

- 7.-Posibilidad de seleccionar el tipo de extracción eligiendo la polaridad del fluido, su densidad y/o la utilización de modificadores.

En general, las propiedades de los fluidos supercríticos permiten la separación de fase en operaciones sólido-fluido y líquido-fluido.

## PRINCIPIOS DE LA EXTRACCION SUPERCRITICA

Los fluidos supercríticos poseen unas propiedades físico-químicas intermedias entre las de los líquidos y gases (5). Dichas propiedades aparecen reflejadas en la tabla 1.

Tabla 1. Propiedades físico-químicas de los gases, líquidos y fluidos supercríticos.

Propiedad	Gas	Fluido supercrítico	Líquido
Densidad (g/ml)	10-3	0.2-0.9	1.0
Viscosidad (g/cm.s)	10-4	10-4-10-3	10-2
Difusividad (cm <sup>2</sup> /s)	10-1	10-3-10-4	menor 10-5

La densidad de un fluido supercrítico (SF) es de 100 a 1.000 veces mayor que la de un gas y, comparable a la de un líquido. En consecuencia, las interacciones moleculares pueden ser fuertes permitiendo acortar las distancias intermoleculares (6). Como resultado, las propiedades de solvatación son similares a las de los líquidos, pero con viscosidades significativamente más bajas y coeficientes de difusión más altos.

Al ser de 10 a 100 veces más bajos los valores de viscosidad y de 10 a 100 veces más altos los coeficientes de difusión comparados con los líquidos hacen que la transferencia de masa de solutos en



extracciones con SF sea significativamente más alta que la de extracciones con líquidos (7).

Las ventajas de la extracción con fluido supercrítico (SFE) provienen de las propiedades físico-químicas de los SF, así los grandes cambios en la densidad del fluido (en consecuencia, en el poder de solvatación) pueden ser realizados mediante pequeños cambios en la presión, ya que la compresibilidad de SF es grande si trabajamos por encima de la temperatura crítica ( $T_c$ ) (8). (Fig. 1).

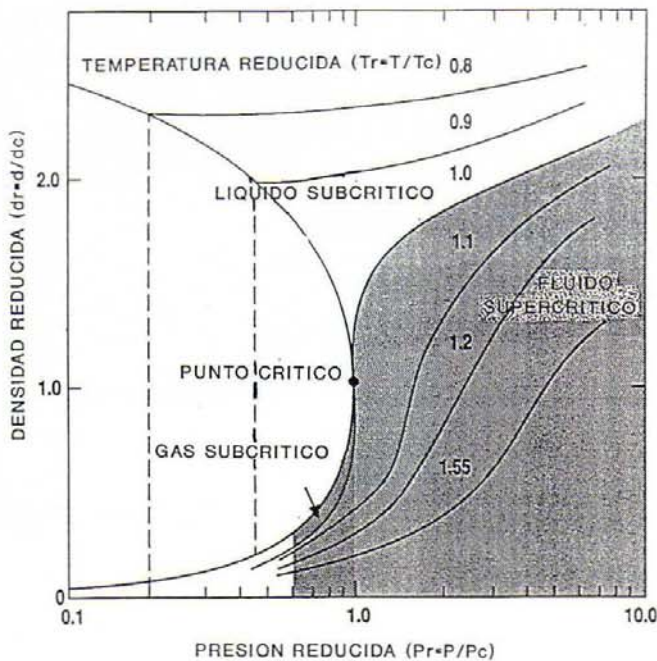


Fig. 1.-Diagrama de fases variables reducidas para  $CO_2$ .

Como la fuerza solvatante de un SF depende su densidad, la posibilidad de solvatación de un SF hacia una sustancia en particular puede ser modificada fácilmente cambiando la presión de extracción (y en menor medida la temperatura). Esto hace que la SFE sea selectiva.

Además, con la propiedad de que la transferencia de masa está mejorada, el uso de SF proporciona tiempos de extracción más rápidos y una eficiencia de extracción mejorada (mejor penetración en la matriz) (9).

Por último, los SF no tienen la tensión superficial o los problemas de humedad asociados con la extracción líquida.

Schneider (7) apuntó que el poder solvente de un SF no puede ser explicado exclusivamente desde el aumento de densidad. Se ha señalado que el poder solvente de un SF tiene dos efectos:

- un efecto de estado
- un efecto químico.

El efecto de estado depende del estado físico del fluido supercrítico y su principal variable es la densidad. El efecto químico define la interrelación entre el SF y el soluto. Es diferente para cada soluto, depende de su polaridad, propiedades ácido-base y enlaces de hidrógeno.

En la práctica, la elección del fluido supercrítico depende de:

1. Polaridad del soluto.
2. Fuerza del solvente y selectividad requerida.
3. Estabilidad térmica del compuesto extraído a la temperatura necesaria para operar.
4. Limitaciones instrumentales, las cuales están asociadas con la presión crítica elevada de algunos fluidos supercríticos y el poder corrosivo que algunos de ellos presentan.
5. Toxicidad del fluido supercrítico.
6. Coste de los fluidos.
7. Reactividad de los solutos frente al fluido supercrítico.

Normalmente, el fluido supercrítico es utilizado a una temperatura mayor que su temperatura crítica ( $T_c$ ) y a una presión significativamente más alta que su presión crítica ( $P_c$ ). Se han usado una gran variedad de SFE que cubren un amplio rango de  $T_c$ ,  $P_c$ , pesos moleculares y polaridad (10). De todos ellos, el  $CO_2$  es el más usado. Tiene una  $P_c$  moderada (72.85 atm) y, con su baja  $T_c$  (31 °C) es ideal para la extracción de muchos compuestos termolábiles. Además es fácilmente separable del soluto, no es tóxico y no causa problemas ambientales, no es inflamable y es barato (11). Sin embargo, el dióxido de carbono tiene limitaciones, especialmente para la extracción de compuestos polares. Los compuestos orgánicos polares son, en general, solubles si tienen un peso molecular bajo; amidas, ureas o uretanos muestran una solubilidad muy baja en  $CO_2$  supercrítico (12). El  $CO_2$  supercrítico exhibe una polaridad clasificable entre la que posee el diclorometano y el éter etílico (13). En consecuencia, compuestos apolares como grasas, aceites y componentes aromáticos como terpenos se disuelven con gran facilidad. Otros compuestos que muestran cierto grado de solubilidad, siendo de polaridad media, pero de bajo peso molecular son cafeína, nicotina, colesterol y ciertos alcoholes.

Se han usado algunos fluidos supercríticos como modificadores del  $CO_2$  para aumentar su polaridad y en consecuencia, su poder disolvente (14).

En la tabla 2 aparece un cuadro resumen de los disolventes más utilizados en extracción con fluidos

Tabla 2. Fluidos supercríticos más utilizados.

Tipo de fluido	Compuesto	$T_c$ (°C)	$P_c$ (Atm)	$\delta_c$ (g/cm <sup>3</sup> )
Inorgánicos	$CO_2$	31	72.85	0.469
	Amoniaco	133	111.54	0.236
	Agua	374	217.17	0.323
Hidrocarburos	Metano	-82	45.41	0.169
	Etano	32	48.17	0.203
	Propano	97	41.85	0.217
	Pentano	197	33.26	0.237
	Etileno	9	49.65	0.218
	Benceno	289	48.27	0.302
Compuestos oxigenados	Tolueno	319	40.57	0.292
	Metanol	240	79.86	0.272
	Etanol	241	60.61	0.276
	Acetona	235	46.39	0.279
Compuestos nitrogenados	Eter etílico	194	35.93	0.265
	Piridina	347	55.57	0.312

# El mundo de la cromatografía en expansión



GC/MS



SFE/SFC/MS



## **FISONS** INSTRUMENTS S.A.

### MADRID

Avd. de la Industria, 32  
Polígono Industrial ALCOBENDAS  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)  
Tels: 6518000 - 6518411  
Fax: 6519340

### BARCELONA

C/Providencia, 152  
08024 BARCELONA  
Tels: (93) 2100253 - 2845469  
Fax: (93) 2132691

supercríticos junto con sus parámetros críticos  $P_c$ ,  $T_c$ ,  $\delta_c$  (densidad crítica).

De todos los fluidos supercríticos estudiados, sólo el  $\text{CO}_2$ , etano, etileno y algunos hidrocarburos fluorados reúnen las características necesarias y de interés en la industria alimentaria (12).

Un medio para incrementar la polaridad de un SF es añadir una pequeña cantidad de líquidos polares (ejemplo, acetonitrilo, metanol o agua) que actúan así como modificadores en SFE (3).

El efecto de añadir pequeñas cantidades de modificadores a un SF puede ser muy drástico y la solubilidad puede incrementarse muchísimo.

Para determinar si un proceso de extracción de interés es posible en la práctica, es necesario establecer una representación cuantitativa adecuada de la fase de equilibrio para el compuesto/s extraído y el fluido usado (7). Sin esta información el modelo del proceso no puede ser realizado, y las condiciones de operación, flujo del solvente y porcentajes de extracción no pueden predecirse.

## INSTRUMENTACION

En la figura 2 se muestra un esquema de un equipo SFE. Las partes esenciales son: fuente de  $\text{CO}_2$ , bomba, cámara de extracción, separador (recogida del soluto) y restricciones. Dado que la mayoría de los trabajos recogidos en la bibliografía utilizan como fluido el  $\text{CO}_2$ , se hará referencia únicamente a este tipo de fuente.

Algunos aparatos de extracción llevan incorporados un detector a la salida de la celda de extracción para monitorizar el proceso.

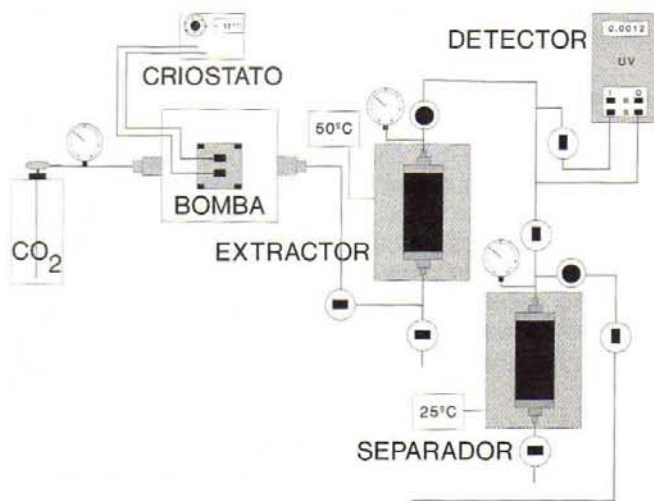


Fig. 2.-Esquema de un extractor supercrítico.

## $\text{CO}_2$

La calidad del  $\text{CO}_2$  es muy importante. Generalmente, el  $\text{CO}_2$  de grado criogénico no es lo bastante puro para muchas aplicaciones en el SFE donde se requiere alta pureza. Ya que el soluto es normalmente recogido al poco tiempo de la extrac-

ción en el SFE, las impurezas (especialmente aquellas con altos puntos de ebullición) pueden también recogerse y concentrarse. La pureza del  $\text{CO}_2$  es sobre todo más importante para ciertos detectores usados en el paso analítico posterior a la extracción.

## BOMBA

Las bombas usadas en SFE deben generar altas presiones, bombear volúmenes reproducibles y suministrar un flujo constante. Generalmente, deben ser capaces de bombear  $\text{CO}_2$  líquido y otros fluidos a las altas presiones requeridas para conseguir el estado supercrítico.

Se han usado dos tipos de bombas para SFE:

- de reciprocidad
- de jeringa.

Ambas proporcionan los requerimientos necesarios de flujo y presión en SFE.

Las bombas de reciprocidad, muy a menudo usadas en HPLC, tienen un depósito infinito y facilitan un flujo continuo del fluido. La principal desventaja de este tipo de bombas es que la cabeza de la bomba debe ser enfriada por debajo del punto de ebullición para bombear el  $\text{CO}_2$  en estado líquido.

Las bombas de jeringa proporcionan menos pulsaciones en el flujo y se pueden llenar fácilmente con  $\text{CO}_2$  líquido. Estas bombas no tienen que ser enfriadas ya que el  $\text{CO}_2$  es licuado por presión y no por temperatura. Sin embargo, debido a que las bombas tienen un volumen limitado, la jeringa debe ser llenada y represurizada cuando el cilindro de la bomba esté vacío (15).

## CAMARA DE MUESTRA

La cámara de extracción puede ser tan simple como un tubo de acero inoxidable con compresión final o tan complejo como un dedal precintado automático. La cámara debe soportar la presión generada por la bomba y debe ser inerte.

Muchas de las muestras de la SFE tienen masas de menos de 10 gramos; la cantidad de muestra representa un compromiso entre aquellas muestras que requieren un gran volumen de fluido supercrítico para extracción cuantitativa y la cantidad de muestra necesaria para una muestra representativa y posterior análisis o para análisis de trazas. Así, el tamaño de las cámaras de extractores con fluidos supercríticos para analítica varía desde 100  $\mu\text{l}$  a 50 ml. Sin embargo, cuando la cantidad de muestra es mayor se pueden usar celdas de hasta 150 ml que ya tienen algunas casas comerciales.

La cámara de extracción está dentro, normalmente, de un horno para controlar la temperatura. Como ya se ha dicho anteriormente, la temperatura afecta a la densidad del fluido supercrítico. Si la temperatura fluctúa, lo hace la densidad, y en consecuencia la fuerza solvente también.

Las extracciones pueden ser realizadas según tres modelos:

- estático
- dinámico
- circulatorio.

En el modelo estático, la cámara de extracción es presurizada con el SF, se espera a que se produzca el equilibrio y posteriormente se procede a la recogida del soluto.

Con el modelo dinámico, el SF pasa a través de la cámara de extracción donde está la muestra y el soluto es recogido en otra cámara de forma continua. El soluto se separa del SF por reducción de la densidad del fluido: de presurización (método isotérmico), aumento de temperatura (método isobárico). Un tercer método sería basado en la adsorción del soluto en una fase estacionaria apropiada (16).

En el modelo circulatorio, el mismo fluido es bombeado a través de la muestra de forma repetida. Posteriormente, se bombea para la recogida.

No hay ningún estudio sistemático que haya comparado los tres modelos, pero el método dinámico parece ser el preferible debido a que el fluido supercrítico fresco está continuamente pasando a través de la muestra (17).

## RESTRICTOR

Además se requiere una técnica para mantenimiento de la cámara de extracción bajo presión para que el sistema alcance el estado supercrítico. En cromatografía con fluido supercrítico (SFC), esta presurización a menudo se realiza usando un restrictor fijo o variable.

Los restrictores fijos son usados más frecuentemente, y en general consisten en una pieza de tubo capilar cuyo diámetro interno y longitud pueden proveer la presión adecuada. La presión, y en consecuencia, la densidad del SF, se cambian variando el flujo a través del restrictor. Debido a la compleja relación entre temperatura, presión, densidad y flujo, el restrictor debe ser reemplazado para variar el sistema de presión y así cambiar la densidad a un flujo constante.

Los restrictores variables son más complejos que los fijos, pero no tienen que ser cambiados durante el desarrollo del método. Estos regulan la presión mecánicamente independientemente del flujo, regulando el tamaño de una pequeña abertura.

## RECOGIDA DEL SOLUTO

Finalmente, la recogida del soluto se realiza normalmente por depresurización y se recoge en una salida, bien on-line, bien off-line.

En la recogida on-line, el instrumento analítico es normalmente acoplado a la extracción con SF. El soluto es colocado en la cabeza de una columna de GC (cromatografía de gases), HPLC (cromatografía de líquidos) o SFC (cromatografía con fluido supercrítico) para ser posteriormente analizado (18, 19). Una de las ventajas del acoplamiento on-line es su buena sensibilidad debido a que el analito es concentrado y una desventaja es que todo en analito es introducido dentro del instrumento analítico y no queda nada para que pueda ser analizado por otra técnica.

Cuando la recogida es en off-line, el efluente es dddepresurizado y el soluto es recogido en un solvente, en un contenedor abierto o mediante una trampa

empaquetada con un soporte sólido. La recogida off-line es más simple y la muestra puede ser analizada por varios métodos.

## MONITORIZACION DE EXTRACTOS

Actualmente, hay un gran número de instrumentos de SFE que se están comercializando con instrumentos on-line para monitorizar el proceso de extracción, normalmente se trata de detectores ultravioleta (UV) o de ionización de llama (FID).

La monitorización por medio de detección UV requiere la presencia de un grupo cromóforo extraído. Esto nos proporciona otra de las ventajas de usar CO<sub>2</sub> como SF, al ser transparente por encima de 190 nm.

Existen tres variaciones en el proceso de extracción:

1) Extracción completa. En general, se requieren condiciones de temperatura y presión máximas.

2) Fraccionamiento. Se realiza el proceso de extracción en distintas etapas, bajo condiciones que difieren en la presión y temperatura empleadas.

3) Desodorización. Las condiciones para realizar la desodorización son menos fuertes que las requeridas para la extracción total o para fraccionamientos, debido a que, normalmente, sólo se pretende extraer los compuestos más solubles (12).

## APLICACIONES DE LA EXTRACCION CON FLUIDO SUPERCRITICO AL PROCESADO DE ALIMENTOS

En este apartado, se intenta hacer una recopilación de los principales trabajos encontrados en la bibliografía y que han usado la SFE en el campo de los alimentos.

### – Descafeinización del café

El primer proceso descrito fue la descafeinización del café. Desde 1979 una planta industrial de extracción con fluidos supercríticos ha estado operando en el oeste de Alemania para la extracción de cafeína desde los granos de café. Los granos son puestos en remojo con agua para incrementar la selectividad del proceso hacia la cafeína. El contenido en cafeína disminuyó desde un valor inicial del 3% hasta un 0,7 a 0,02% no afectando a los componentes aromáticos (20).

### – Extracción del lúpulo y especias.

La extracción del lúpulo de cerveza fue una de las primeras aplicaciones de la SFE con CO<sub>2</sub> supercrítico. El diclorometano ha sido el disolvente normalmente empleado para su extracción, teniendo que ser evaporado desde el extracto a un nivel por debajo del 2,2% después de su extracción.

Los constituyentes importantes del lúpulo son las humulonas y lupulonas, los cuales son responsables del gusto amargo de la cerveza (21). Hubert y Vitzhum (22) realizaron la extracción del 99% de las humulonas del lúpulo con CO<sub>2</sub> supercrítico, valor que está por encima del mínimo requerido (95%).

Estos mismos autores llevaron a cabo la extracción

de los constituyentes importantes de las especias por medio de la SFE. Estos extractos tienen la ventaja de ser mejor aprovechados, poseer una vida más larga y ser estériles.

#### – Obtención de aceites vegetales

La mayoría de los trabajos existentes en el área de la tecnología de alimentos estudian la aplicación de la extracción supercrítica a la obtención de aceites de origen vegetal (22-28).

Friedrich et al (29) y Zhao et al (30) pusieron de manifiesto que el aceite obtenido con CO<sub>2</sub> supercrítico a partir de la soja y del salvado de arroz tenía una serie de ventajas en relación al obtenido con un solvente orgánico como el hexano. Así, se observó que el contenido en hierro y fósforo era más bajo, fundamentalmente debido a la baja solubilidad de los fosfolípidos en el CO<sub>2</sub> supercrítico frente a los triglicéridos. Por otra parte, el aceite está menos coloreado, lo que conlleva la no necesidad de refinamiento. Esto también es debido a la baja solubilidad de los carotenos y otros pigmentos en el CO<sub>2</sub> supercrítico.

En general, la solubilidad de los aceites vegetales varía mucho con la temperatura y la presión. Se observa un incremento en la eficiencia de la extracción al incrementar la presión, fundamentalmente en el rango de 340.4-555.6 atm (24). La solubilidad aumenta con el incremento de la temperatura, siempre que la presión esté por encima de 340.4 atm. Por el contrario, esto no se observa a presiones inferiores a 340.4 atm (31). Este comportamiento debe estar relacionado con la densidad del CO<sub>2</sub> supercrítico. Entre la presión crítica y aproximadamente 468.4 atm el CO<sub>2</sub> es muy comprensible y esto hace que cambie mucho la densidad, por encima de 468.4 atm este cambio no es tan rápido y en consecuencia, en este rango, será observado el incremento de solubilidad al incrementar la temperatura.

Otra de las aplicaciones señaladas en la bibliografía ha sido la recuperación de aceites de fritura. Estos presentan un color oscuro y contienen grandes cantidades de ácidos grasos libres y peróxidos. Se ha señalado la aplicación de la SFE para la recuperación de estos aceites y así mejorar su calidad (12). Sugiyama et al. (32) mediante el acoplamiento de SFE y SFC (extracción y cromatografía con fluidos supercríticos) determinan los niveles de peróxidos lipídicos en alimentos.

#### – Fraccionamiento de la grasa

En los últimos años, el desarrollo de nuevas técnicas para intentar extraer el colesterol de la grasa está justificado dado el papel fundamental que éste desempeña en la génesis de enfermedades cardiovasculares, como es la aterosclerosis.

Se ha comprobado que el contenido de colesterol es elevado en un determinado tipo de alimentos: carne, huevos, leche y derivados. Como consecuencia, en la bibliografía se encuentran trabajos que se pueden clasificar en dos grupos:

a) Extracción de colesterol y otros componentes lipídicos en huevos, carnes y pescados.

b) Extracción de colesterol y fraccionamiento de la grasa láctea y sus derivados.

#### a) grasas animales

Hay pocos trabajos en la bibliografía que describan la extracción de grasa animal o de alguno de sus componentes con CO<sub>2</sub> supercrítico.

Se han estudiado principalmente las extracciones procedentes de pescado y de huevos (14, 33, 34, 35). El interés de este tipo de alimentos se debe a que, por una parte, algunas clases de pescado contienen una cantidad apreciable de glicéridos con ácidos grasos poliinsaturados, los cuales tienen importantes aplicaciones farmacológicas (36). Por otra parte, la industria huevera continúa sufriendo un grave descenso en el consumo debido al elevado contenido en colesterol que tienen los huevos.

Hardardottir y Kinsella (14) realizan la extracción de los lípidos que se encuentran en el músculo de pescado con CO<sub>2</sub> supercrítico. Estos autores trabajan en un rango de presiones de 136.2 a 340.4 atm y observan que variando la presión dentro de este rango no se mejora la extracción, ésta es similar en todos los casos. Sin embargo, indican que un aumento de temperatura (40 a 50 °C) incrementa ligeramente la solubilidad de los lípidos en el CO<sub>2</sub> supercrítico.

Este comportamiento está de acuerdo con los resultados de Friedrich y Pryde (31) sobre la extracción de aceites vegetales. Trabajando a presiones inferiores a 408.4 atm el incremento en la solubilidad debido al aumento de temperatura que debería ser esperado se ve enmascarado con la variación de densidad del solvente, ya que a estas presiones el gas es muy compresible.

Por otra parte, el uso de un modificador como el etanol, mejoró sensiblemente la solubilidad de los lípidos en el CO<sub>2</sub> supercrítico. Así, frente a un 78% de lípidos extraídos con CO<sub>2</sub> supercrítico a 272.3 atm y 40 °C, se obtenía un 97% de lípidos cuando se había adicionado un 10% de etanol (14).

Se ha propuesto la aplicación de la extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico para la obtención de alimentos con bajo contenido en colesterol. Froning et al (33) demostraron que cuando se intenta realizar la extracción de los lípidos totales de la yema de huevo, no sólo se consiguen reducir estos en gran parte, sino que de ellos, es el colesterol el que experimenta una mayor reducción, principalmente en condiciones de presión y temperatura elevadas.

Otro aspecto observado en la extracción de los lípidos es la baja solubilidad presentada por los fosfolípidos en el CO<sub>2</sub> supercrítico. Así, Yamaguchi et al (34) realizan la extracción del aceite de "krill" antártico (crustáceo del placton) con CO<sub>2</sub> supercrítico. Dicho aceite contiene una elevada cantidad de fosfolípidos, lo cual hace que no sea muy usado dado su rápido deterioro. Aplicando la extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico al "krill" se obtiene un aceite que está compuesto casi exclusivamente por lípidos no polares, sin contaminación de fosfolípidos.

#### b) grasa láctea

Recientemente, existe un considerable interés en la modificación de la grasa láctea. No sólo para intentar conseguir unos nuevos productos bajos en colesterol o en grasas saturadas, sino para que otros productos como la manteca, sin perder sus propiedades gustativas adquieran mayor flexibilidad a la temperatura del frigorífico doméstico (36).

Los procesos empleados para la modificación incluyen:

- a) Hidrogenación
- b) Interesterificación
- c) Mezclas de otros aceites y grasas
- d) Modificación enzimática
- e) Fraccionamiento.

Este último método tiene una ventaja importante y es que al ser la grasa de leche esencialmente una mezcla de diferentes triglicéridos con distintas propiedades físicas, es técnicamente posible dividir esta grasa en fracciones con diferente composición química y distintos puntos de fusión. Varios autores han llevado a cabo el fraccionamiento de la grasa láctea con CO<sub>2</sub> supercrítico (38-41).

Por último, es interesante destacar los estudios realizados sobre extracción supercrítica en el área de la industria de perfumería por Calame y Steiner (42), quienes sugieren que el proceso de extracción supercrítica es costoso, excepto cuando se tratan grandes cantidades de material, tal como ocurre en la descafeinización del café. Además señalaron que los costes de los procesos de extracción clásica y con fluidos supercríticos eran similares cuando había una gran cantidad de material extraíble concentrado, pero que se elevaban mucho en la SFE cuando el material extraíble estaba más diluido.

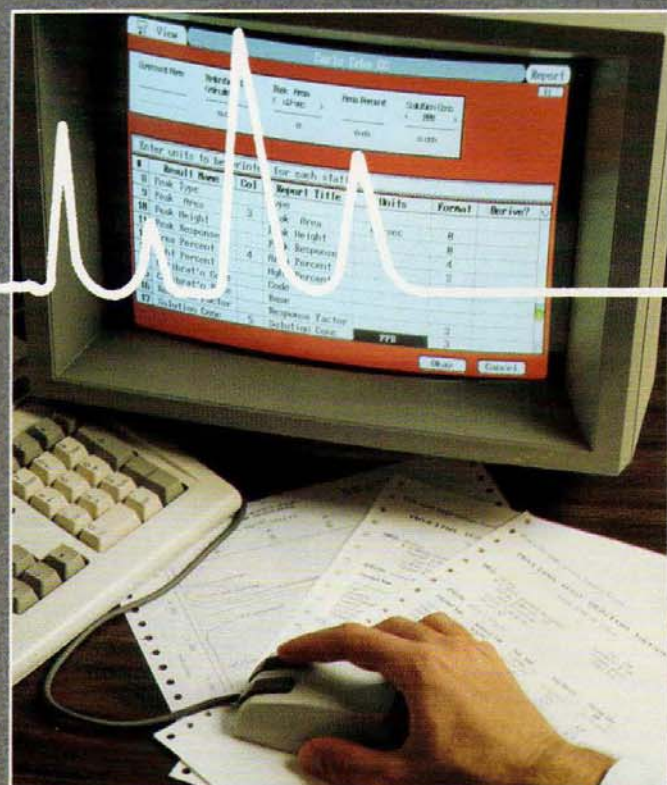
#### BIBLIOGRAFIA

1. Hannay J.B. y Hogarth J., Proc. R. Soc. London (1879), 29, p. 324.
2. Nicolaon G., Rev. Energ. (1985), 375, p. 283.
3. Rizvi S.S.H., Benado A.L., Zollweg J.A., Daniels J.A., Food Technol. (1986), p. 55.
4. Majors R.E., LC-GC Inter. (1991), 4, p.10.
5. Davies I.L., Raynor M.W., Kithinki J.P., Bartle K.D., Williams P.T., Andrews G.E., Anal. Chem. (1988), 60, 683A.
6. Knowles D.E., Richter B.E., Wygant M.B., Anderson M., J. Assoc. Off. Anl. Chem. (1988), 71, p. 451.
7. Schneider G.M., Angew. Chem. Int. Ed. Engl. (1978), 17, p. 716.
8. McHugh M. y Krukoni V., Supercrit. Fluid Extract., Princip. and Practic. (Butterworth, Stoneham, Massachusetts, USA, 1986).
9. Wright B.W., Wright C.W., Gale R.W., Smith R.D., Anal. Chem. (1987), 59, p.38.
10. Hoyer G.G., ChemTech. (1985), 15, p.440.
11. Brogle H., Chem. Ind. (1982), p.385.

12. Zadow J.G., CSIRO Food Res. Q. (1988), 48, p.25.
13. Hubert P., Café Cac. The (1989), 4, p.235.
14. Hardardottir I., Kinsella J.E. J. Food Sci. (1988), 53, p.1656.
15. Majors R.E., LC-GC Intl (1991\*), 3, p.10.
16. Sthal E., Quirin K.W., Gerard D., Verdich. Gase Zur Extrakt. Raffina., Springer, Berlin, 1987.
17. Hawthorne S.B., Anal. Chem. (1990), 62, 633A.
18. Smith R.D., Udseth H.R., Wright B.W., Process Technol. proc., 3 (Supercrit. Fluid Technol.), (1985), p.191.
19. Anderson M., LC-GC int., Mag. Liq. gas Chromatog. (1988), 1, p.10.
20. Zosel K., Angew. Chem. Int. Ed. (1978), 17, p.702.
21. Williams D.F., Chemic. Engin. Sci. (1981), p.1769.
22. Hubert P., Vitzthum O.G. Angew. Chem. Int. Ed. Engl. (1978), 17, p.710.
23. Dakovic' S., Turkulov J., Dimic' E. Fat Sci. Technol. (1989), 91, p.116.
24. Christianson D.D., Friedrich J.P., List G.R., Warner K., Bagley E.B., Stringfellow A.C., Inglett G.E. J. of Food Sci. (1984), 49, p.229.
25. List G.R., Friedrich J.P., Pominski J. Am. Oil Chem. Soc. (1984), 61, p.1847.
26. Taniguchi M., Tsuji T., Shibata M., Kobayashi T. Agric. Biol. Chem. (1985), 49, p. 2367.
27. Stahl E., Schütz E., Mangold K.H., J. Agric. Food Chem. (1980), 28, p.1153.
28. Bulley N.R., Fattori M., Meisen A., Moys L. J. Am. Oil Chem. Soc. (1984), 61, p.1362.
29. Friedrich J.P., List G.R., Heakin A.J. J. Am. Oil Chem. Soc. (1982), 59, p.288.
30. Zhao W., Shishikura A., Fujimoto K., Arai K., Saito S. Agric. Biol. Chem. (1987), 51, p.1773.
31. Friedrich J.P., Pryde E.H. J. Am. Oil Chem. Soc. (1984), 61, p.223.
32. Sugiyama K., Shiokawa T., Moriya T., J. Chromatog. (1990), 515, p. 555.
33. Froning G.W., Wehling R.L., Cuppett S.L., Pierce M.M., Niemann L., Siekman D.K. J. of Food Sci. (1990), 55, p.95.
34. Yamaguchi K., Murakami M., Nakano H., Konosu S., Kokura T., Yamamoto H., Kosaka M., Hata K. J. Agric. Food Chem. (1986), 34, p. 904.
35. Ong Ch. P., Ong H.M., Yau Li S.F., Lee H.K., J. Microcol. Sep. (1990), 2, p.69.
36. Hirai A., Hamazaki T., Terano T., Nishikawa T., Tamura A., Kumagai A., Sajiki J. Lancet (1980), 2, p.1132.
37. Shishikura A., Fujimoto K., Kaneda T., Arai K., Saito S. Agric. Biol. Chem. (1986), 50, p.1209.
38. Bradley R.L., Jr. J. Dairy Sci. (1989), 72, p.2834.
39. Arul J., Boudreau A., Makhlof J., Tardif R., Sashasrabudhe M.R. J. Food Sci. (1987), 52, p.1231.
40. Arul J., Boudreau A., Makhlof J., Tardif R., Grenier B. J. of Dairy Res. (1988), 55, p.361.
41. Kaufmann V.W., Biernoth G., Frede E., Merk W., Precht D., Timmen H. Milchwissenschaft (1982), 37, p.92.
42. Calame J.P. y Steiner R., Chem. Ind. (1982), p.399.



**Maxima**<sup>®</sup> productividad en  
proceso de datos cromatográficos



**Waters**  
División de MILLIPORE

**Todo en Cromatografía Líquida**





# Aplicación de la cromatografía líquida de alta eficacia en fase micelar a la determinación de las constantes de asociación soluto-micela

M.A. García, J.M. Saz, S. Vera y M.L. Marina

Dpto. de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de Alcalá de Henares, 28871 Alcalá de Henares (Madrid)

## INTRODUCCION

Los sistemas micelares se han empleado con mucha frecuencia en los últimos años en diversos campos de la química debido a las características especiales que poseen (1-9). En efecto, estos sistemas pueden producir modificaciones en las propiedades de los solutos que se encuentran en su entorno tanto a nivel termodinámico como a nivel cinético.

Un sistema micelar se origina, de forma espontánea, cuando determinadas moléculas denominadas "tensoactivos" o "tensoagentes" se encuentran en disolución acuosa a una temperatura determinada y unas concentraciones superiores a un valor dado que se denomina concentración micelar crítica, c.m.c. (1-3,10). A partir de esta concentración se originan agregados que se componen de un número de monómeros que es característico de cada sistema micelar y que se denomina número de agregación.

Un tensoagente es una molécula en la cual se distinguen dos zonas de polaridad muy diferente. Por una parte, poseen una parte no polar, de naturaleza hidrofóbica, constituida por una cadena hidrocarbonada. La otra zona es polar o incluso iónica, de naturaleza hidrofílica, que permite clasificar los tensoagentes en cuatro clases principales: aniónicos, catiónicos, no iónicos y "zwitteriónicos". En la Tabla I se dan ejemplos característicos de estos cuatro tipos de tensoagentes.

Tabla I.-Ejemplos característicos de diferentes tensoagentes.

Fórmula	Clase	Núm. de agregación
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{CH}_2-\text{OSO}_3 \text{Na}^+$	Aniónico	62
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{CH}_2-\text{Na}^+(\text{CH}_3)_3 \text{Br}$	Catiónico	78
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{CH}_2-(\text{OCH}_2 \text{CH}_2)_{23} \text{OH}$	No iónico	40
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{CH}_2-\text{N}^+(\text{CH}_3)_2 \text{CH}_2 \text{COO}$	Zwitteriónico	73

Aunque en un sistema micelar se puede distinguir la fase micelar propiamente dicha, constituida por las micelas y la fase acuosa como medio de dispersión de las mismas, las disoluciones son en términos macroscópicos, homogéneas e isotrópicas por lo que se les suele denominar como sistemas pseudo-bifásicos (10).

En las proximidades de la c.m.c. las micelas adoptan una estructura esférica con un diámetro de 3-10 nm. La figura 1 representa esquemáticamente la estructura de una micela iónica en la que se distinguen tres zonas principales (1,2,11):

– el **core** constituido por las cadenas hidrocarbonadas del tensoagente. En esta zona, interior de la micela, no existen moléculas de agua.

– la **capa Stern** que contiene los grupos iónicos del tensoagente, parte de los contraiones asociados y moléculas de agua.

– la **capa de Gouy-Chapman** donde se localizan el resto de los contraiones micelares.

El aumento de la concentración de tensoagente y/o la presencia de aditivos, como por ejemplo alcoholes, modifican el tamaño y la estructura de las

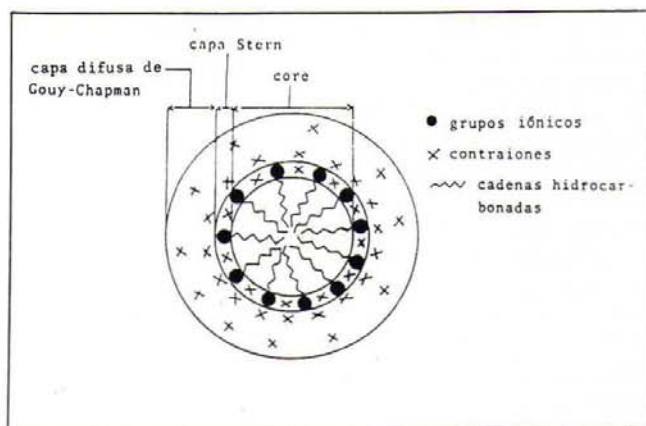


Fig. 1.-Esquema de una micela iónica esférica.

micelas que pueden adoptar disposiciones en forma de varillas (12-14).

La combinación de propiedades hidrofobas e hidrofílicas pronunciadas dentro de una molécula confiere a los sistemas micelares características especiales en disolución acuosa, lo que les ha hecho aplicables en diferentes campos. Así, se puede citar en primer lugar la capacidad de los sistemas micelares para solubilizar solutos hidrofóbicos en disolución acuosa (12), o para mejorar diferentes metodologías analíticas (7,9). El empleo de disoluciones micelares como fases móviles en cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC) da lugar a la cromatografía líquida en fase micelar (MP-HPLC) en la cual se suelen utilizar como fases estacionarias fases de naturaleza apolar (6). Una de las ventajas atribuidas a la MP-HPLC consiste en que se puede controlar la selectividad del sistema a través de un gran número de parámetros como son la naturaleza (tipo y carga) y concentración del tensoagente en fase móvil, la presencia de aditivos tales como sales o modificadores orgánicos, y el pH. Además, el empleo de estas fases móviles implica bajo costo, baja toxicidad y aumento de la sensibilidad (15-18). Como inconveniente principal, se puede citar la disminución observada de la eficacia cromato-

gráfica en MP-HPLC (19,20), que ha sido atribuida al aumento de la resistencia a la transferencia de materia del soluto desde la fase móvil a la fase estacionaria. Sin embargo, se ha comprobado que la adición de pequeñas cantidades de alcohol (3% de propanol) y el aumento de la temperatura de trabajo (40 °C) permiten la obtención de eficacias similares a las obtenidas en HPLC convencional con fases móviles hidroorgánicas (19,20). También se puede observar una disminución del tiempo de vida medio de la columna con respecto a la HPLC en fase inversa convencional debido a las elevadas concentraciones de micela en fase móvil que se suelen emplear.

En el presente trabajo, se pretende mostrar la utilidad de las técnicas de HPLC con fases micelares en la determinación de las constantes de asociación soluto-micela, parámetro ampliamente utilizado cuando se pretenden evaluar las interacciones soluto-micela.

### DETERMINACION DE LAS CONSTANTES DE ASOCIACION SOLUTO-MICELA POR MP-HPLC

El gran número de interacciones posibles asociadas con las separaciones en fase micelar, como son las electrostáticas, hidrofóbicas y estéricas, así como la modificación de la fase estacionaria por adsorción de surfactantes monoméricos (21,22) convierten a estos sistemas en más complicados que las técnicas convencionales de cromatografía líquida de alta eficacia con fases hidroorgánicas.

La figura 2 representa un esquema de los diferentes equilibrios que se pueden establecer en MP-HPLC (23). En primer lugar, el equilibrio de distribución del soluto entre la fase móvil micelar y la fase móvil acuosa, con un coeficiente de reparto  $P_{MW}$ ; un segundo equilibrio que comprende el reparto del soluto entre la fase móvil micelar y la fase estacionaria, con un coeficiente de reparto  $P_{SM}$ , y por último, se define el equilibrio de distribución del soluto entre la fase estacionaria y la fase móvil acuosa con un coeficiente de reparto  $P_{SW}$ .

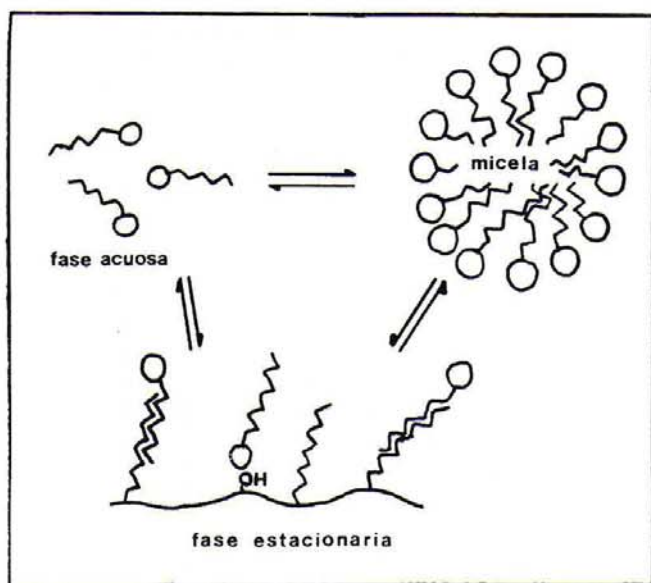


Fig. 2.-Equilibrios de distribución de un soluto en un sistema de MP-HPLC.

A partir de los equilibrios representados en la figura 2, se han obtenido varias expresiones que intentan describir el comportamiento cromatográfico de los compuestos eluidos en MP-HPLC. Armstrong y Nome (23) fueron los primeros en obtener una expresión que relaciona la retención cromatográfica de un soluto con la concentración de la micela en la fase móvil. La expresión es la siguiente:

$$V_s/(V_e - V_m) = \{v(P_{MW} - 1)/P_{SW}\} C_M + 1/P_{SW} \quad (1)$$

en la cual  $V_s$ ,  $V_e$  y  $V_m$  representan el volumen de fase estacionaria (calculado como la diferencia entre el volumen total de la columna y el volumen que ocupa la fase móvil en la columna o volumen muerto), el volumen de elución del soluto y el volumen muerto de la columna, respectivamente,  $v$  es el volumen molar del tensioagente y  $C_M$  es la concentración de tensioagente micelado en la fase móvil, que viene dado por  $C_M = C - \text{c.m.c.}$  donde  $C$  es la concentración total de tensioagente. La representación de  $V_s/(V_e - V_m)$  frente a  $C_M$  es lineal, y a partir de la relación pendiente/ordenada es posible obtener el producto  $v(P_{MW} - 1)$ , que según el tratamiento de Berezin (24) coincide con la constante de asociación soluto-micela,  $K_2$ , que es el parámetro más usualmente utilizado cuando se quiere llevar a cabo el estudio de las interacciones soluto-micela.

Una vez determinado el producto  $v(P_{MW} - 1) = K_2$ , es posible obtener  $P_{MW}$  si se conoce el volumen molar del tensioagente.

Arunyanart y Cline-Love (25) obtuvieron una ecuación similar que relaciona el inverso del factor de capacidad del soluto con la concentración del tensioagente micelado,  $C_M$ , a través de la constante de asociación soluto-micela,  $K_2$ :

$$1/k' = \{K_2 / \Phi [L_s] K_1\} C_M + 1 / \Phi [L_s] K_1 \quad (2)$$

donde  $k'$  es el factor de capacidad del soluto,  $\Phi$  es la relación de fases en la columna ( $V_s/V_m$ ),  $[L_s]$  es la concentración de fase estacionaria y  $K_1$  la constante de asociación del soluto entre la fase estacionaria y la fase móvil acuosa. La representación de  $1/k'$  frente a  $C_M$  es lineal, y la constante  $K_2$  se obtiene directamente del cociente pendiente/ordenada.

La constante de asociación soluto-micela así obtenida es la denominada constante de asociación por monómero. La constante de asociación por micela se obtiene multiplicando la anterior por el número de agregación de la micela.

Asimismo, se puede indicar que el valor del coeficiente de reparto  $P_{MW}$  y de la constante de asociación,  $K_2$ , depende exclusivamente del soluto y del sistema micelar empleado como fase móvil, pero no de la fase estacionaria empleada (26).

Las ecuaciones (1) y (2) presentan un gran interés por dos razones: la primera es que, como se ha puesto de manifiesto, permiten la determinación de las constantes de asociación soluto-micela, de gran importancia en diversas áreas de aplicación de los sistemas micelares. La segunda es que, conocidas las constantes de asociación de determinados solutos se podrían utilizar las ecuaciones (1) y (2) con el fin de calcular la retención cromatográfica en un sistema dado y prever la selectividad de la separación de una

mezcla de dichos solutos. En cualquier caso, la obtención de las constantes de asociación soluto-micela a partir de las ecuaciones que relacionan la retención cromatográfica con la concentración de tensioagente micelado puede aumentar el conocimiento que se tiene sobre el mecanismo que rige este tipo de cromatografía (6).

La figura 3 muestra un ejemplo de variación del

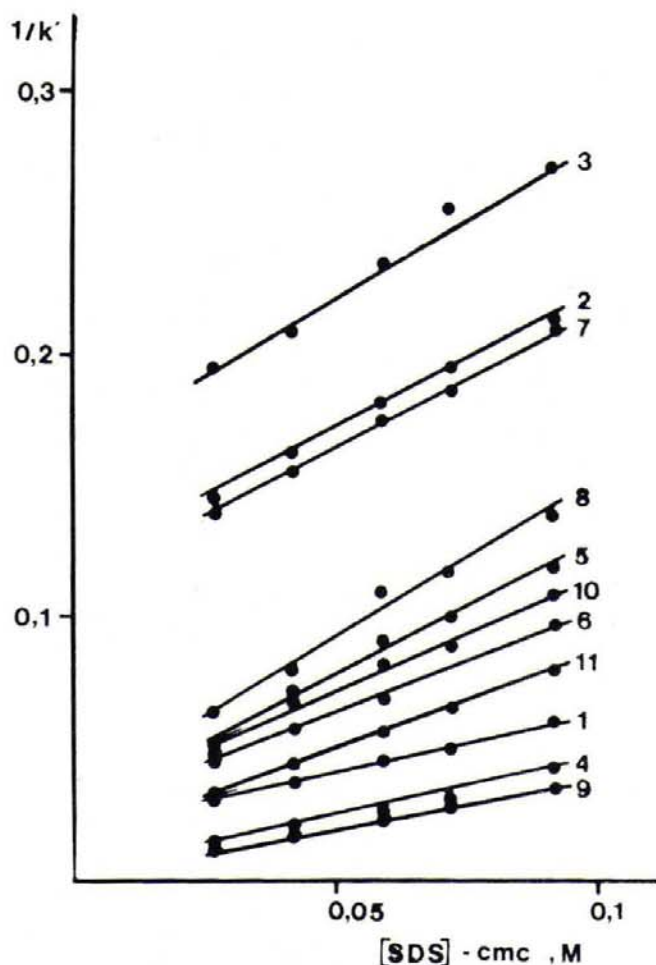


Fig. 3.-Variación de  $1/k'$  con la concentración de SDS micelado. Compuestos: (1) Benceno; (2) Alcohol Bencílico; (3) Benzamida; (4) Tolueno; (5) Benzonitrilo; (6) Nitrobenceno; (7) Fenol; (8) 2-Feniletanol; (9) Clorobenceno; (10) Fenilacetnitrilo; (11) 3,5-Dimetilfenol. Datos tomados de la ref. 27. Columna: Novapak C-18, 15 cm x 4.6 mm d.i.

inverso del factor de capacidad de una serie de derivados de benceno con la concentración en fase móvil de un tensioagente aniónico micelado, dodecilsulfato sódico (SDS). A partir de estos resultados es posible obtener el valor de las constantes de asociación soluto-micela para todos estos compuestos mediante la ecuación (2). Resultados similares se han encontrado para micelas catiónicas de bromuro de hexadeciltrimetilamonio (CTAB) y micelas no iónicas de polioxietileno(23)dodecanol (Brij-35) (27). En la bibliografía se encuentran recogidos valores de la constante  $K_2$  para una gran variedad de compuestos, utilizando las ecuaciones anteriores (23,25,26,28-31).

En algunos trabajos, se han comparado los valores de  $K_2$  obtenidos por el método cromatográfico con los valores obtenidos por otros métodos (32-34) y se ha encontrado un buen acuerdo (27,29).

### Efecto de la presencia de alcoholes y sales

La variación lineal de la retención cromatográfica de un compuesto con la concentración de tensioagente micelado en fase móvil se mantiene cuando se introducen modificadores orgánicos o sales en la disolución. Ello ha permitido el cálculo de las constantes de asociación soluto-micela en medios modificados.

Debido a que la presencia de alcoholes y sales puede modificar las características de un sistema micelar (c.m.c., número de agregación, etc.) es de esperar que ello a su vez repercuta en las interacciones de las micelas con los solutos (35-37).

Se ha determinado, mediante MP-HPLC, las constantes de asociación de diferentes compuestos, fundamentalmente derivados de benceno y naftaleno, con micelas de SDS y CTAB, en presencia de alcoholes (metanol, propanol, butanol) o de sales tales como el cloruro sódico (26,31,38).

Con respecto a la presencia de un alcohol en fase móvil, en general, se ha observado una disminución de las constantes de asociación con respecto a las obtenidas en agua, para la mayoría de los solutos y alcoholes estudiados. Este resultado se ha atribuido a un posible efecto competitivo entre el alcohol y el soluto por la micela. Aunque el descenso en el valor de la constante de asociación depende de la naturaleza del alcohol, no se encuentra un descenso proporcional, en general, de  $K_2$  con el porcentaje de alcohol. Así, por ejemplo, en la figura 4 se muestra la variación de  $K_2$  de una serie de derivados de benceno con SDS para diferentes porcentajes de butanol en fase móvil. Se observa que, para todos los solutos excepto el fenol, las constantes de asociación son mayores en ausencia del modificador tal y como se ha comentado anteriormente. Por otra parte, para un 10% de BuOH los valores de  $K_2$  son superiores a los obtenidos para un porcentaje menor (5%) excepto para los solutos más hidrofóbicos, tolueno y clorobenceno, para los cuales la relación anterior se invierte.

En el caso de la adición de sales simples a la fase móvil, la figura 5 muestra la variación de la constante de asociación soluto-micela de varios derivados de benceno con SDS modificado con NaCl 0.1 M, con respecto a las obtenidas en agua. Se observa que no existe uniformidad en el comportamiento de los dife-

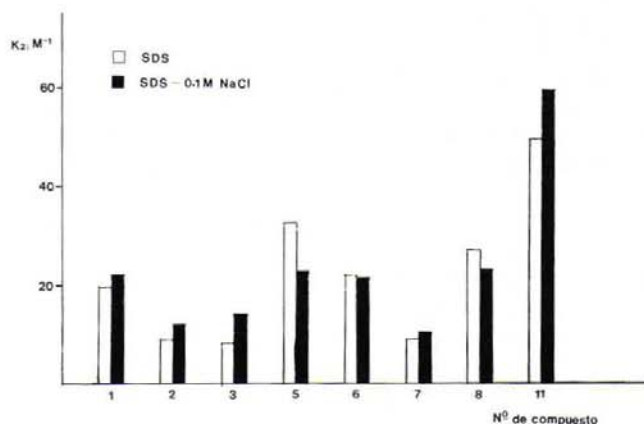


Fig. 5.-Influencia de la presencia de NaCl 0.1 M sobre las constantes de asociación de un grupo de derivados de benceno con SDS. Datos tomados de la ref. 38. La numeración de los compuestos y columna corresponden a la de la figura 3.

rentes compuestos estudiados. En general, los valores de la constante  $K_2$  aumentan, en mayor o menor magnitud, respecto de los resultados en presencia de micelas simples de SDS (ausencia de aditivos). Como excepciones de este comportamiento se pueden citar benzonitrilo, 2-feniletanol y nitrobenzeno. De acuerdo con otros autores (22), la presencia de NaCl disminuye las interacciones electrostáticas soluto-micela para compuestos iónicos pero favorecen las interacciones a nivel hidrofóbico en el caso de solutos neutros, como los incluidos en la figura 5.

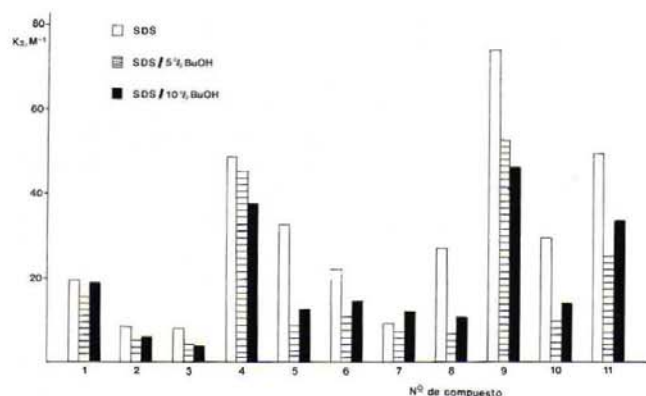


Fig. 5.-Influencia de la presencia de NaCl 0.1 M sobre las constantes de asociación de un grupo de derivados de benceno con SDS. Datos tomados de la ref. 38. La numeración de los compuestos y columna corresponden a la de la figura 3.

### Evaluación del error en la determinación de la constante de asociación

Recientemente, se ha llevado a cabo una evaluación del error que se obtiene en la determinación de las constantes de asociación soluto-micela por el método cromatográfico expuesto. Para ello, se han dado los intervalos de confianza para las constantes  $K_2$  de una serie de derivados de benceno y naftaleno con micelas de SDS y CTAB (38) encontrándose un aumento considerable del error para compuestos de elevado carácter hidrofóbico. En efecto, debido a que la constante de asociación se obtiene de la relación entre la pendiente y la ordenada en el origen de la recta de regresión de  $1/k'$  o  $V_s/(V_e - V_m)$  en función de  $C_M$ , el error es inversamente proporcional al cuadrado de la ordenada. Como consecuencia de ello, compuestos de elevada hidrofobicidad, es decir, que experimentan retenciones grandes en el sistema cromatográfico, proporcionando valores pequeños de  $1/k'$  y  $V_s/(V_e - V_m)$ , dan lugar a la obtención de valores muy pequeños de la ordenada en el origen y por tanto, a valores grandes para el error en la determinación de la constante de asociación.

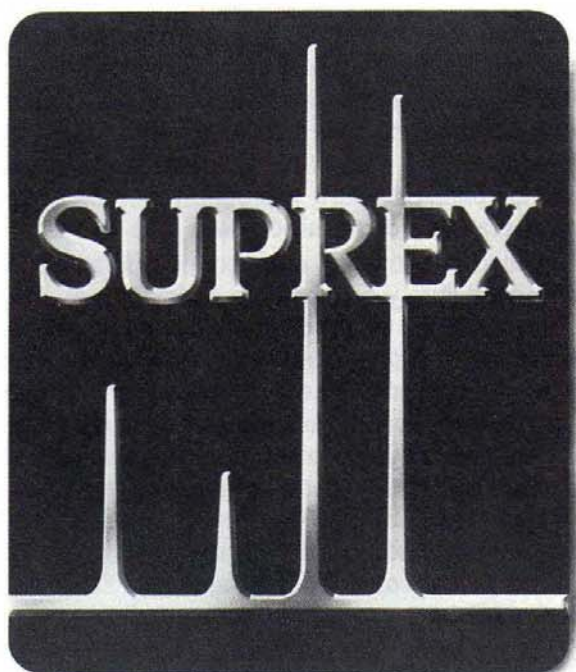
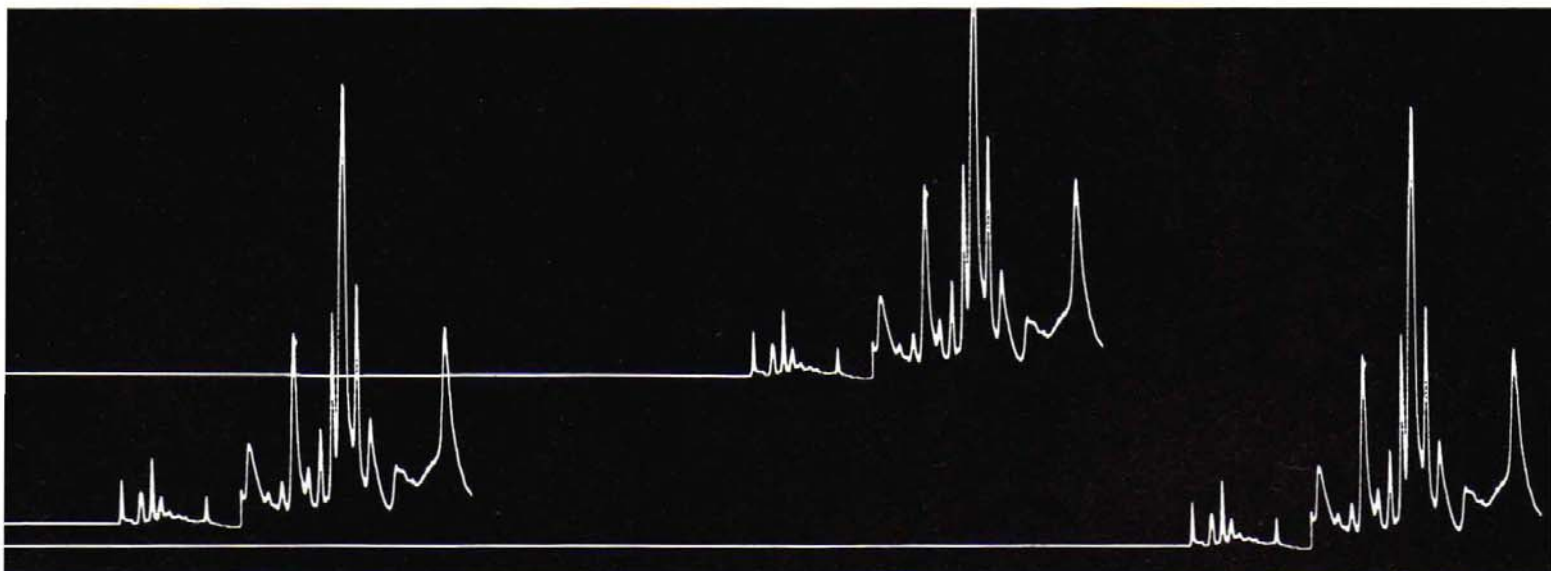
La utilización de fases estacionarias más polares que las fases inversas usualmente empleadas permitiría la disminución del término  $P_{SW}$  de la ecuación 1 o lo que es lo mismo un aumento de la ordenada en el origen, disminuyendo el error en la determinación de  $K_2$  para compuestos hidrofóbicos (5).

### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad de Alcalá de Henares la financiación concedida a la línea de investigación de "Cromatografía líquida de alta eficacia en fase micelar".

### BIBLIOGRAFIA

- J.H. Fendler, E.J. Fendler, "Catalysis in Micellar and Macromolecular Systems", Academic Press, New York (1975).
- E.J. Fendler, "Membrane Mimetic Chemistry", Wiley, New York (1982).
- A. Berthod, J. Chim. Phys., 80 (1983), 407.
- L.J. Cline-Love, J.G. Habarta, J.G. Dorsey, Anal. Chem., 56 (1984), 1132A.
- E. Pelizzetti, E. Pramauro, Anal. Chim. Acta, 169 (1985), 1.
- D.W. Armstrong, Sep. Purif. Methods, 14 (1985), 213.
- "Ordered Media in Chemical Separations", Hinze, W.L. y Armstrong, D.W., Eds., ACS Symposium Series, American Chemical Society, Washington D.C. (1987), Vol. 342.
- J. Georges, Analisis, 17 (1989), 231.
- F. Fernández-Lucena, M.L. Marina, A.R. Rodríguez, "Vibrational Spectra and Structure", Elsevier, Amsterdam (1991), Cap. 3.
- K. Shinoda, T. Nakagawa, B. Tamamuschi, T. Isemura, "Colloidal Surfactants: Some Physico-Chemical Properties", Academic Press, New York (1963).
- B. Lindman, H. Wennerstrom, "Micelles", Topics in Current Chemistry nº 87, Springer-Verlag, New York (1980).
- P. Lianos, J. Lang, C. Strazielle, R. Zana, J. Phys. Chem., 86 (1982), 1019.
- H. Hoffmann, G. Platz, W. Ulbricht, Ber. Bunsenges. Phys. Chem., 90 (1986), 877.
- A. Ben-Shaul, D.H. Rorman, G.V. Hartland, W.M. Gelbart, J. Phys. Chem., 90 (1986), 5277.
- J.G. Dorsey, Adv. Chromatogr., 27 (1987), 167.
- J.G. Dorsey "Ordered Media in Chemical Separations", Hinze, W.L. y Armstrong, D.W., Eds., ACS Symposium Series, American Chemical Society, Washington D.C. (1987), Vol. 342, Cap. 3.
- F.G.P. Mullins, "Ordered Media in Chemical Separations", Hinze, W.L. y Armstrong, D.W., Eds., ACS Symposium Series, American Chemical Society, Washington D.C. (1987), Vol. 342, Cap.
- A. Berthod, J.G. Dorsey, J.G., Analisis, 16 (1988), 75.
- J.G. Dorsey, M.T. De Echegaray, J.S. Landy, Anal. Chem., 55 (1983), 924.
- J.S. Landy, J.G. Dorsey, Anal. Chim. Acta, 178 (1985), 179.
- A. Berthod, I. Girard, C. Gonnet, Anal. Chem., 58 (1986), 1362.
- A. Berthod, I. Girard, C. Gonnet, "Ordered Media in Chemical Separations", Hinze, W.L. y Armstrong, D.W., Eds., ACS Symposium Series, American Chemical Society, Washington D.C. (1987), Vol. 342, p. 130.
- D.W. Armstrong, F. Nome, Anal. Chem., 53 (1981), 1662.
- I.V. Berezin, K. Martinek, A.K. Yatsimirskii, Russ. Chem. Rev., Eng. Transl., 42 (1973), 787.
- M. Arunyanart, L.J. Cline-Love, Anal. Chem., 56 (1984), 1557.
- A. Berthod, I. Girard, C. Gonnet, Anal. Chem., 58 (1986), 1359.
- M.L. Marina, S. Vera, A.R. Rodríguez, Chromatographia, 28 (1989), 379.
- P. Yarmchuk, R. Weinberger, R.F. Hirsch, L.J. Cline-Love, Anal. Chem., 54 (1982) 2233.
- E. Pramauro, G. Saini, E. Pelizzetti, Anal. Chim. Acta, 166 (1984), 233.
- M. Arunyanart, L.J. Cline-Love, Anal. Chem. 57 (1985) 2837.
- M.G. Khaledi, E. Peuler, J. Ngeh-Ngwainbi, Anal. Chem., 59 (1987), 2738.
- C.A. Bunton, L. Sepúlveda, J. Phys. Chem., 83 (1979), 680.
- C. Hirose, L. Sepúlveda, J. Phys. Chem., 85 (1981), 3689.
- E. Pramauro, E. Pelizzetti, Anal. Chim. Acta, 154 (1981), 153.
- M. Almgren, S. Swarup, "Surfactants in Solution", Mittal, K.L. y Lindman, B., Eds.; Plenum, New York (1984), p. 613.
- L.G. Ionescu, L.S. Romanesco, F. Nome, "Surfactants in Solution", Mittal, K.L. y Lindman, B., Eds.; Plenum, New York (1984), p. 789.
- A. Berthod, J. Georges, Nouv. J. Chim., 9 (1985), 101.
- M.A. García, S. Vera, M.L. Marina, Chromatographia, 32 (1991), 148.



- CROMATOGRAFIA DE FLUIDOS SUPERCRITICOS
- EXTRACCION CON FLUIDOS SUPERCRITICOS PARA PREPARACION DE MUESTRAS

## EXPERTOS EN TECNOLOGIA DE FLUIDOS SUPERCRITICOS



### IZASA, S.A.

C/. Aragoneses, 13  
Pol. Ind. Alcobendas  
28100 MADRID

C/. Calabria, 174  
08015 BARCELONA

**DELEGACION CATALUÑA:** 425 01 00. **BILBAO:** 476 13 50. **GIJON:** 35 67 46.  
**GRANADA:** 28 07 50. **LAS PALMAS:** 28 21 48. **MADRID:** 661 50 86.  
**MALAGA:** 39 28 87. **MURCIA:** 29 87 11. **PALMA DE MALLORCA:** 28 91 71.  
**SANTANDER:** 25 30 16. **SANTIAGO DE COMPOSTELA:** 58 28 00.  
**SALAMANCA:** 24 09 70. **SEVILLA:** 436 41 66. **TENERIFE:** 61 60 51.  
**VALENCIA:** 347 66 25. **VALLADOLID:** 23 59 27. **ZARAGOZA:** 56 04 46.

## RESEÑA DE LIBROS

### "Advances in electrophoresis"

A. Cranbach, M.J. Dunn, B.J. Radola (Editores)  
Volumen 3, 459 págs.

Consta de los siguientes capítulos: "Protein databases derived from the analysis of two dimensional gels", por J.E. Celis, P. Madsen, B. Gesser, S. Kwee, H.V. Nielsen, H.H. Rasmussen, B. Honoré, H. Leffres, G.P. Ratz, B. Basse, J.B. Lauridsen y A. Celis; "Computer assisted analysis of two dimensional gel electrophoretograms", por M.J. Miller; "Immunological applications of two-dimensional polyacrylamide gel electrophoresis", por K.E. Willard-Gallo; "Capillary electrophoresis", por F. Foret y P. Bocek; "Recent trends in particle electrophoresis", por A.W. Preece y K.A. Brown; "The forensic application of DNA profiling", por P. Gill.

### "Liquid separations of carbohydrates"

Volumen especial de la revista "Carbohydrate Research", editado por Kevin. B. Hicks. (Volumen 215, nº 1) 1991.

Tras una breve introducción del editor sobre el presente y futuro de las técnicas cromatográficas aplicadas a los carbohidratos, el volumen consta de 22 artículos (con un total de 227 páginas), escritos por conocidos especialistas del tema de diferentes países. La mayoría utilizan HPLC en fase inversa, otros cambio iónico, pares de iones... Dos de los artículos describen el uso del detector amperométrico pulsante y uno de ellos basa la separación en electroforesis capilar.

### "Analytical supercritical fluid chromatography and extraction"

Chromatography Conferences, Inc.

Lee, Milton L. and Markides, Karin E., Department of Chemistry, Brigham Young University, Provo, Utah, 1990.

El libro, de reciente aparición en Europa, fue presentado dentro del "Thirteenth International Symposium on Capillary Chromatography" (Riva del Garda, Italia), en mayo de 1991; el volumen consta de 577 páginas y está dividido en siete capítulos. Es interesante señalar que todos los capítulos están ampliamente documentados y que cada uno de ellos finaliza con una lista de las referencias utilizadas.

El libro cuenta con la contribución de destacados científicos que han ayudado al desarrollo, tanto teórico como práctico, de la cromatografía y de la extracción con fluidos supercríticos (SFC, SFE).

El primer capítulo, de introducción, empieza con una descripción de lo que se entiende por cromatografía de fluidos supercríticos y sigue con un desarro-

llo histórico de esta técnica así como de la extracción con fluidos supercríticos. Posteriormente realiza una interesante comparación de distintas técnicas cromatográficas (SFC, GC y LC) desde el punto de vista teórico y práctico (eficacia, velocidad de análisis, resolución, selectividad, etc.).

El segundo capítulo constituye una monografía sobre columnas y consta de dos partes claramente diferenciadas, la primera revisa temas tan interesantes como la eficacia de los distintos tipos de columnas empleados en SFC, el efecto de la caída de presión en la resolución, la velocidad de análisis, etc., mientras que la segunda parte se centra en la tecnología de fabricación de columnas capilares (pretratamiento del tubo, desactivación, inmovilización, distintas fases estacionarias) y de columnas rellenas (materiales de relleno, tratamiento químico de los mismos, métodos de llenado, fases estacionarias).

En el tercer capítulo se describen los fundamentos para la selección y la utilización de distintas fases móviles (de un solo componente, binarias o ternarias) e incluye el uso potencial de fluidos más exóticos como las fases móviles de micelas reversas (formadas por moléculas de agua y un surfactante), que podrían favorecer la separación de compuestos polares sin necesidad de utilizar fluidos supercríticos de elevada polaridad. También se presentan en este capítulo los principios para la programación de densidad, temperatura y composición de la fase móvil.

El capítulo cuatro es el más extenso de todos los que forman el libro y está basado en los requerimientos y descripciones de los distintos componentes que forman el sistema cromatográfico: sistemas de bombeo a alta presión, sistemas de introducción de muestra a la columna, control de la temperatura del horno, tipo de restrictores y una extensa revisión de las distintas modalidades de detección (incluidos los acoplamientos SFC/MS, SFC/FTIR). Finalmente se tratan también aspectos sobre cromatografía multidimensional y en concreto sobre los acoplamientos SFC/SFC, SFC/GC y LC/SFC.

El capítulo quinto está dedicado exclusivamente a la extracción, a escala analítica, con fluidos supercríticos. Después de una introducción de los parámetros termodinámicos y cinéticos que intervienen en el proceso de extracción, se realiza una revisión sobre la extracción *off-line* SFF (incluyendo aplicaciones de interés práctico) y del acoplamiento SFE *on-line* con distintas técnicas cromatográficas (SFE/GC, SFE/SFC).

El capítulo sexto denominado "Practice of SFC" proporciona una descripción detallada sobre la utilización práctica de un sistema analítico SFC y cubre distintos aspectos como la puesta en marcha del equipo, la selección de columnas, la preparación de muestra, la selección de fases móviles (incluyendo la preparación y utilización de fases mixtas), el sistema de introducción de muestras y los métodos de programación. El capítulo termina con una tabla muy extensa en la que se incluyen síntomas, causas y posibles soluciones a

problemas muy habituales que se pueden manifestar utilizando esta técnica cromatográfica (esta tabla es de inestimable ayuda en el trabajo diario y cubre un intervalo muy amplio de problemas y soluciones posibles).

El último capítulo trata exclusivamente de las aplicaciones de SFC y SFE. Se han elegido ejemplos agrupados en distintas categorías para cubrir las diferentes técnicas y principios fundamentales. Entre los distintos tipos de muestras que se presentan, se incluyen hidrocarburos, muestras agroquímicas,

explosivos, productos farmacéuticos, polímeros, lípidos, carbohidratos, moléculas biológicas, alimentos y aromas, productos naturales, contaminantes medioambientales, enantiómeros, etc.

Finalmente se puede concluir que el libro proporciona una revisión detallada y exhaustiva sobre SFC y SFE y cubre aspectos teórico-prácticos que pueden interesar tanto a los cromatografistas expertos como a las personas que vayan a empezar a trabajar por primera vez con estas técnicas.

*E. Ibáñez*

---

## Comités editoriales

Esta sección se abrió en el número anterior, con el fin de dar a conocer el nombre y centro de trabajo de aquellos de nuestros socios que pertenezcan a comités editoriales de revistas nacionales o internacionales. Hasta el momento sólo hemos podido ampliar la

lista inicial en dos nombres más, pero sin duda existen otros. Para completarla, agradeceríamos a todos aquellos que conozcan este tipo de datos, que los comuniquen a esta Redacción. Esperamos vuestros comentarios.

### Nombre y dirección

---

Manuela Juárez Iglesias  
Instituto del Frío (CSIC)  
Ciudad Universitaria - 28040 Madrid

M<sup>ra</sup> Dolores Cabezudo Ibáñez  
Instituto de Fermentaciones Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid

### Revista

---

International Dairy Journal

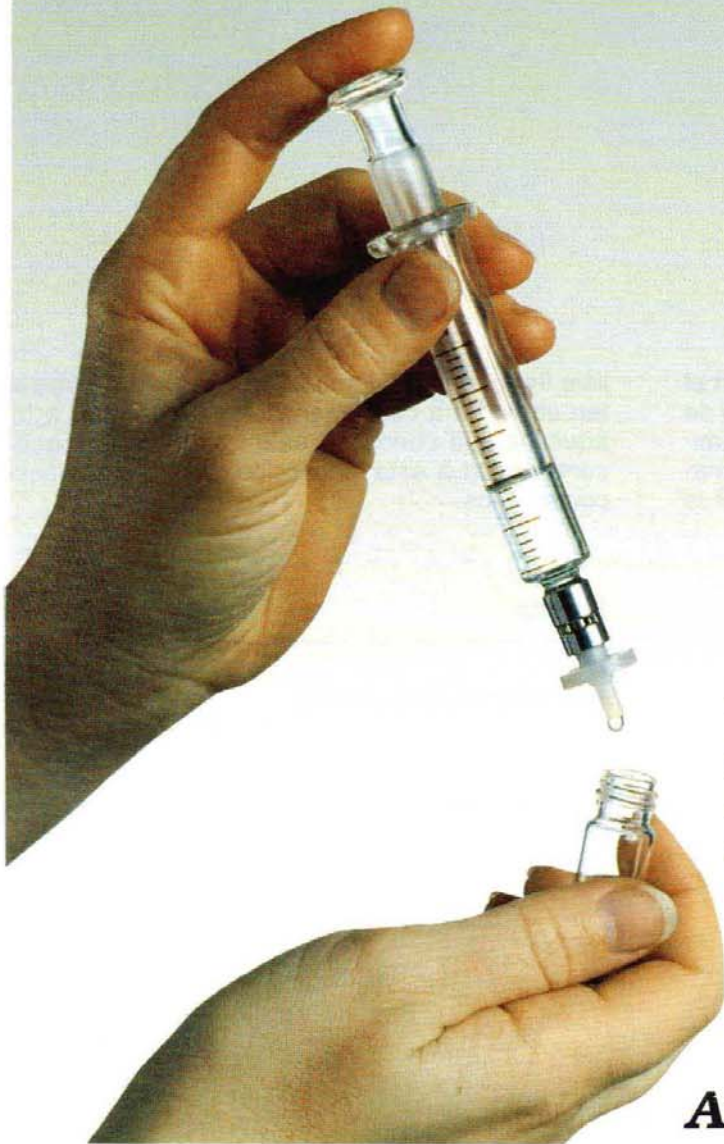
Bulletin de l'O.I.V.





# Gelman Sciences

Membranas y microfiltros desechables



• ***Donde cada gota cuenta.***

• ***Donde la recogida de gérmenes o su eliminación es necesaria.***

• ***Donde la simple eliminación de partículas antes del análisis es preceptiva.***

***Ahí está en todo el mundo***

 **Gelman Sciences**

 **Hucoa-Erlöss**

MADRID 28046  
PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL. (91) 733 72 12 (6 LINEAS) TELEX: 23655. FAX: 314 19 04  
BARCELONA 08026  
AVDA. MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150-152. TELS. (93) 256 24 00 y 256 78 05. FAX: 256 48 88  
SEVILLA 41009  
C./ HONDEROS, 10, (PLAZA DE LOS NARANJOS), TEL. (954) 37 70 41. FAX: 38 96 12



## ARTICULOS DE INTERES

W.A. König.

"Enantioselective gas chromatography with modified cyclomaltooligosaccharides as chiral stationary phases".

*Carbohydrate Research* 192, 192, 51-60, 1989.

En este trabajo se realiza un estudio detallado de la síntesis, mecanismo de separación e interacción enantioselectiva de distintas ciclodextrinas  $\alpha$  y  $\beta$  sustituidas: (2,3,6-tri-O-pentil) y (3-O-acetil-2,6-di-O-pentil). La separación se lleva a cabo mediante la formación de complejos de inclusión y en el caso de las acetiladas, además es posible la formación de enlaces de hidrógeno a través de los grupos acetileno, lo cual aumenta la selectividad y permite la separación de compuestos polares.

E. Guichard; A. Kustermann; A. Mosandl.

"Chiral flavour compounds from apricots. Distribution of gamma-lactone enantiomers and stereo-differentiation of dyhydroactinidiolide using multidimensional gas chromatography".

*J. Chromatogr.* 498, 396-401, 1990.

Debido a la complejidad de las muestras estudiadas, los autores utilizan la cromatografía de gases multidimensional lo que permite la transferencia de las fracciones del cromatograma correspondientes a los compuestos de interés, desde la precolumna a la columna principal de naturaleza quiral ( $\alpha$  y  $\beta$  ciclodextrinas sustituidas), haciendo posible la separación enantiomérica de las gamma-lactonas presentes en albaricoques. Se observa la predominancia de los enantiómeros (4R) en la mayoría de las variedades estudiadas, asimismo evalúan su contribución al aroma.

H.-G. Schmarr, A. Mosandl, K. Grob.

"Stereoisomeric flavour compounds XXXVIII: direct chiroselective analysis of gamma-lactones using on-line coupled LC-GC with a chiral separation column".

*Chromatographia* 29, 125-130, 1990.

Se aborda, por primera vez, el acoplamiento directo de la cromatografía de líquidos a la de gases, empleando en esta última una columna con 2,6-di-O-pentil-3-O-acetil- $\alpha$ -ciclodextrina como fase estacionaria enantioselectiva, con objeto de llevar a cabo la separación y comparación de los enantiómeros de las gamma-lactonas presentes en extractos de fresas crudas y de un producto comercial que las contiene.

La principal ventaja de acoplamiento CL/CG se encuentra en la simplicidad de la preparación de la muestra. Además los tiempos de análisis son reducidos y su automatización es sencilla. Sin embargo, el éxito de la separación queda comprometido por la cromatografía de líquidos, en el caso de que no se consiga eliminar completamente las sustancias coeluyentes con los compuestos de interés.

G.P. Blanch

Françoise Vezinhet, Bruno Blondi y Jean-Noel Hallet.

"Chromosomal DNA patterns and mitochondrial DNA polymorphism as tools for identification of enological strains of *Saccharomyces cerevisiae*".

*Appl. Microbiol. Biotechnol.* (1990) 32, 568-571.

Con el fin de identificar diferentes cepas enológicas de *Saccharomyces cerevisiae*, los autores emplean técnicas de electroforesis en campo pulsante, procedimiento TAFE ("transverse alternating field electrophoresis") con geles de agarosa. Dicha técnica permite separar grandes fragmentos de ADN y principalmente cromosomas enteros (250 a 2.700 Kb).

En la cepa de referencia utilizada observan los autores 12 bandas diferentes, correspondientes a 15 cromosomas. Ninguna de las cepas ensayadas tiene un perfil idéntico a la de referencia. Todas excepto tres poseen perfiles diferentes y las variaciones son debidas a la posición de la banda, número de ellas e intensidad de las mismas.

Modificaciones en la posición de la banda revelan un significativo polimorfismo en la longitud de los cromosomas.

En función del número de bandas las cepas estudiadas las clasifican en dos grupos. El primer grupo estará formado por cepas en las que se separan más de 18 bandas (no comunes con las bandas de la cepa de referencia) y el segundo grupo por cepas con un número de bandas comprendido entre 12 y 18, que comparadas con las de la cepa de referencia pueden ser cromosomas homólogos de diferentes tamaños.

En este mismo trabajo separan por electroforesis horizontal con geles de agarosa, fragmentos de ADN mitocondrial obtenidos por digestión con endonucleasas de restricción. Cada cepa puede diferenciarse de las demás dentro de una misma especie por el número y disposición de los fragmentos de ADN mitocondrial que constituyen un perfil de restricción y permite caracterizar cada cepa.

Las dos técnicas descritas constituyen una herramienta útil para caracterizar las cepas utilizadas en la industria del vino.

Barbara Volpe.

"Studi ampelografici e tassonomici per la differenziazione varietale".

*Vignevini* (1990) 1/2, 27-32.

Este trabajo es una revisión de los métodos que se utilizan para la diferenciación de las distintas variedades de vid, incluyendo un total de 62 citas bibliográficas.

Los métodos son:

- Morfológicos clásicos.
- Aplicación de métodos estadísticos a los datos analíticos.
- Químicos y bioquímicos.
- Análisis serológico de las proteínas.
- Y electroforéticos.

La aplicación de la electroforesis para la diferenciación varietal, se basa en el estudio de las proteínas y de los isoenzimas de la uva, obteniéndose información sobre la variabilidad genética.

En esta publicación se recoge una amplia selección de trabajos acerca de la aplicación de la electroforesis con los fines mencionados.

Las conclusiones que recopila el autor son las siguientes:

– La electroforesis de las proteínas totales y de los isoenzimas de las diferentes variedades de *Vitis vinifera* es un instrumento es un instrumento válido para la identificación varietal y clonal.

– El diagrama electroforético posee un carácter genético por lo que el número de bandas y la posición son característicos de la especie, la variedad y el clon, siendo posible el uso de esta técnica como huella dactilar de la variedad.

– El perfil isoenzimático no parece influenciado por el nivel de ploidía de los genotipos examinados, como se observa de la comparación entre las formas diploide y tetraploide de la misma variedad.

– El análisis electroforético puede servir para la identificación de la variedad con fines comerciales.

Luigio Moio y Francesco Addeo.

"Focalizzazione isoelettrica delle proteine dei mosti e dei vini".

*Vignevini* (1989) 4, 53-57.

Los autores realizan el estudio de las proteínas de mostos de diferentes variedades de uva y de sus correspondientes vinos mediante isoelectroenfoque en geles de poli(acrilamida) de 1 mm de espesor con un rango de pH comprendido entre 2.5 y 10, obtenido por la adición de Ampholinas de rango de pH de 2.5-4 y 3.5-10 en proporciones 1:4 (v/v).

La preparación de la muestra conlleva la centrifugación de 100 ml de la misma durante 20 min. a 4.000 g, diálisis del sobrenadante frente a agua destilada y liofilización. El residuo obtenido de la centrifugación se suspende en 100 ml de urea 9M y se centrifuga de nuevo durante 20 min. a 4.000 g, posteriormente el sobrenadante se dializa hasta la completa eliminación de la urea y se liofiliza.

Para el análisis electroforético el residuo seco se disuelve en urea 9M conteniendo 2-mercaptoetanol al 0.1% para obtener una concentración final del 10% (m/v).

El trabajo incluye un estudio de la estabilidad proteica del vino así como del efecto sobre esta fracción de la refrigeración y de los tratamientos clarificantes.

*Encarnación Pueyo Pérez*

M. Horvat and A.R. Byrne.

"A modified method for the determination of methylmercury by gas chromatography".

*Talanta*, Vol. 37 (2), pp. 207-212, 1990.

El procedimiento de extracción de metilmercurio (Me-Hg), inicialmente propuesto por Gage y más tarde modificado por Westöo, es ahora mejorado al sustituir la tradicional disolución de cisteína por un papel adsorbente impregnado de este producto. Se comprueba que si bien la forma del papel no es determinante, las recuperaciones pueden verse muy afectadas por los volúmenes de extractantes usados,

tanto de tolueno en la etapa inicial, como de benceno en la recuperación final del Me-Hg para su determinación por cromatografía de gases con detector de captura de electrones.

La utilización del papel impregnado de cisteína evita los problemas de formación de emulsiones que existían en los métodos clásicos (especialmente importantes en el caso de muestras biológicas y medioambientales), con lo que se logran mejores repercusiones y una mayor sensibilidad y reproducibilidad en las medidas.

W. Funk, A. Enders and G. Donnevert.

"Characterization and quantitative HPTLC determination of organomercury compounds".

*J. Planar Chromatogr.*, Vol. 2 (4), pp. 282-284, 1989.

Los autores optimizan la especiación en aguas de cinco compuestos organomercurícos (cloruro de metil-etil-fenil-dimetil y difenilmercurio) con un procedimiento que permite su cuantificación a niveles inferiores a 1-2 ng/mancha. El método usado para la separación es la cromatografía de capa fina de alta eficacia con sílica gel, sin indicador fluorescente y previamente purificada con una fase móvil de cloroformometanol (1+1, v/v). El revelador es la tiocetona de Michler (4,4'-bis (dimetilamino) tiobenzofenona) y el análisis final de los organomercuriales se realiza fotométricamente, por reflectancia, a longitud de onda 560 nm.

W. Langseth.

"Determination of organic and inorganic mercury compounds by reverse-phase high-performance liquid chromatography after extraction of mercuries as alkyl-dithiocarbamate chelates".

*Fresenius Z. Anal. Chem.*, Vol. 325, pp. 267-271 (1986).

En este trabajo se pone a punto un método de separación simultánea de mercurio inorgánico y tres compuestos organomercuriales (metil-, etil-, y fenilmercurio) por cromatografía líquida de alta resolución en fase inversa. Los agentes quelantes empleados son dietilditiocarbamato y pirrolidin-ditiocarbamato, formándose los complejos por simple extracción líquido-líquido en cloroformo de los mercuriales desde una solución básica. El extracto de cloroformo es directamente inyectado en tres columnas diferentes (Spheri-5, Spherisorb ODS-2 y todo en tres columnas diferentes (Spheri-5, Spherisorb ODS-2 y Nova-pak C<sub>18</sub>), siendo los compuestos detectados por espectrofotometría UV a 254 nm. Los límites de detección obtenidos se encuentran comprendidos entre 0,15 y 0,5 ng.

La fase móvil elegida es una mezcla de metanol, acetonitrilo y agua a la que se han añadido un complejante metálico (AEDT) y una pequeña cantidad de alquilditiocarbamato. Respecto a las columnas, se comprueba que una baja actividad del silanol reduce los problemas de adsorción y descomposición de los quelatos.

*Lourdes Ramos*

# Calendario de actividades

## XXIV Reunión Bienal de Química

Organizada por la Real Sociedad Española de Química, tendrá lugar en el Palacio de Congresos y Exposiciones de Torremolinos (Málaga), del 21 al 24 de setiembre de 1992.

El programa científico comprenderá conferencias generales y específicas, así como comunicaciones orales y carteles sobre todas las áreas de la química. Se prevé que podrán repartirse en hasta 20 simposios, que corresponden a los distintos grupos especializados que configuran la sociedad.

Para más información, escribir a la Secretaría del Congreso:

Comité Organizador de la XXIV Reunión Bienal de Química.

Departamento de Ingeniería Química.

Facultad de Ciencias.

MALAGA.

Tel. 952-13 19 17 - 13 17 39. Fax 952-13 20 00.

## 12th International Symposium on Microchemical Techniques

Tendrá lugar en Córdoba, del 7 al 12 de setiembre de 1992, en el Palacio de Congresos de la ciudad. Está organizado por el Departamento de Química Analítica de la Facultad de Ciencias de la Universidad de Córdoba, con el apoyo de la Sociedad de Química Analítica.

La temática incluirá la química analítica pura y aplicada en aspectos relativos a componentes traza y microanálisis. Se dedicará especial atención a la utilización de las modernas técnicas instrumentales para el análisis de trazas.

Para más información, escribir a:

Departamento de Química Analítica.

Facultad de Ciencias.

14004 CORDOBA.

Tel. 957-23 44 53. Fax 957-45 22 85.

## 19th International Symposium on Chromatography

Tendrá lugar en Aix-en-Provence, del 13 al 18 de setiembre de 1992. Está organizado por el Group for the Advancement of Analytical Sciences (GAMS, Francia), junto con la Chromatographic Society (U.K.) y la Arbeitskreis Chromatographie (FAGDC, Alemania). En el Comité Organizador figura el presidente del GCTA, E. Gelpí.

El simposio cubrirá todos los aspectos (fundamentos, metodología, instrumentación, aplicaciones) de las diversas técnicas cromatográficas (LC, GC, SFC, PC) y de técnicas afines de separación (FFF, EKC) así como sus combinaciones (técnicas multidimensionales) y acoplamientos con otras técnicas analíticas (MS, IR, etc.).

El programa científico incluirá conferencias plenas, comunicaciones orales y carteles, además de sesiones de discusión sobre temas de interés. También tendrá lugar una exposición comercial con las últimas novedades en instrumentos y productos.

Para más información, escribir a:

G.A.M.S. 88 Bd. Malesherbes.

75008 PARIS (Francia).

## PITTCON 92

La 43 Reunión de Pittsburg tendrá lugar del 9 al 13 de marzo de 1992 en el Centro de Convenciones de Nueva Orleans, Luisiana.

El programa técnico incluirá comunicaciones sobre tecnología analítica, caracterización de materiales, control de ambiente, aplicaciones clínicas y bioquímicas. Habrá conferencias, simposios especializados, cursillos, y, sobre todo, la más completa exposición de equipo de laboratorio, instrumentación y servicios.

Para más información, escribir a:

Pittsburg Conference. Dpto. CFP.

300 Penn Center Blvd., Suite 332.

Pittsburg, PA, 15235-5503 USA.

## 4th International Symposium on High Performance Capillary Electrophoresis

Tendrá lugar en Amsterdam, del 9 al 13 de febrero.

Para más información, escribir a:

Shirley Schlessinger.

Symposium Manager HPCE 92.

400 East Randolph Street. Suite 1015.

Chicago, IL, 60601 USA.

## 2nd International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography

Tendrá lugar en la Universidad de Amberes, del 19 al 21 de febrero de 1992.

Para más información, escribir a:

Dr. Smits.

BASF Antwerpen NV.

Central Laboratory Scheldelaan.

2040 Antwerp, Bélgica.

## 4th Latin-American Congress on Chromatography

Tendrá lugar en la ciudad de Méjico, del 21 al 23 de abril de 1992.

Para más información, escribir a:

M.C. Humberto Gómez

Dpto. de Química Analítica.

Facultad de Química. UNAM.

CP 04510, México, D.F. MEXICO.

Fax 52 5 548 3227.

## 4th International Symposium on Supercritical Fluid Chromatography and Extraction

Tendrá lugar en Cincinnati (Ohio), del 20 al 22 de mayo de 1992.

Para más información, dirigirse a:

Larry L. Taylor. Dpto. of Chemistry.

Virginia Polytechnic Institute & State University  
Blacksburg. VA 24061-0212 USA.

## 14th International Symposium on Capillary Chromatography

Tendrá lugar en Baltimore (Maryland) del 25 al 29 de mayo de 1992.

Para más información, escribir a:

Dr. Karen J. Hyver, President.

Foundation for the ISCC.

P.O. Box 663, Kenneth Square.

PA 19348, USA. Fax 215 692-4320.

# Noticias del GCTA

## Reunión Científica Anual

Los pasados días 29, 30 y 31 de octubre tuvo lugar en el Palacio de Miramar, de San Sebastián, la XX Reunión Científica Anual del GCTA.

En ella se registró el máximo de concurrencia alcanzado hasta ahora en las Reuniones del Grupo: el número de inscripciones fue de 192, siendo un 30% de ellas procedentes de industrias y empresas comerciales y el resto de organismos públicos (universidades, CSIC, ministerios, ayuntamientos...).

Se presentaron 108 comunicaciones (11 orales y 97 carteles) distribuidas en las siguientes áreas temáticas: modelización, desarrollos metodológicos, bioquímica y farmacología, análisis de alimentos, química ambiental, combustibles y derivados.

Hubo cuatro conferencias plenarias: "Trends in HPLC column technology", por R.E. Majors, de Hewlett-Packard; "Scope, limitations and applications of flash pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry", por J.S. Sinninghe y J.W. de Leew, de la Universidad de Delft; "On-line coupled LC-GC", por K. Grob, del Laboratorio cantonal de Zürich, y "Novel strategies in computer-aided LC detection for drugs and metabolites", por A. Fell, de la Universidad de Bradford.

Se celebraron tres mesas redondas, sobre los siguientes temas: "Sistemas de tratamiento de datos en cromatografía", moderada por Ll. Comellas y J. Grimalt, con la participación de las empresas Fisons, Hewlett-Packard, Konik, Kontron, Merck, Millipore y Perkin-Elmer; "Novedades en fases estacionarias para cromatografía de líquidos", a cargo de las empresas Kromxpek, Merck Millipore y Teknokroma, que fue moderada por M.T. Galcerán y J.C. Díez Masa, y "Criterios de calidad y sistemas de purificación de gases en cromatografía", donde actuaron J. Sanz y C. Dorronsoro como moderadores e intervinieron las empresas Sociedad Española del Oxígeno, Carburos Metálicos y Teknokroma.

El día 28 tuvieron lugar tres cursos especializados: "Cromatografía de gases con columnas capilares", impartido por J.M. Bayona (CID-CSIC); "Cromatografía de líquidos en fase inversa", por F.X. Santos (Universidad de Barcelona), y "Sistemas combinados cromatografía de gases-espectrometría de masas, tipo sobremesa", a cargo de D. Barceló (CID-CSIC).

La reunión transcurrió con gran animación, tanto en las sesiones científicas como en la recepción del Ayuntamiento, en los ratos libres por la ciudad o en la estupenda cena de clausura que tuvo lugar en Hondarribia. Hay que hacer constar la magnífica labor de Carmen Dorronsoro y su equipo, que organizaron y condujeron la reunión con el mayor acierto y una total dedicación.

## Asamblea Anual

Tuvo lugar el pasado día 30 de octubre, en el Palacio de Miramar de San Sebastián, coincidiendo, como es costumbre, con la Reunión Científica Anual. Ante casi un centenar de asistentes, el presidente Emili Gelpí, abrió la sesión, informó de las actividades del grupo y de su junta directiva durante el año transcurrido desde la anterior asamblea, y dio algunas cifras sobre la reunión en curso: nivel de asistentes hacia los dos centenares, más de cien comunicaciones, cursos pre-congreso totalmente cubiertos, 30 becas de asistencia concedidas. Por todo ello felicitó a los organizadores, Carmen Dorronsoro y su equipo.

El secretario, Joan Grimalt, tras una lectura de acta "on-line" informó de la inscripción de 66 nuevos socios, con lo que el número total pasa a ser de 596.

El tesorero, Lluís Comellas, presentó un informe económico con superávit y anunció una inevitable subida de cuotas para 1992, por parte de la Real Sociedad Española de Química.

Entre los temas que se debatieron, cabe citar la organización de cursos, que son de interés para muchos de los socios. Se propusieron temas tales como "Tratamiento de datos", "Técnicas afines" o "Preparación de muestras ambientales".

Otro tema fue la elección de sede para la próxima reunión, que por ir a tener lugar en 1992 parecía algo problemática. Se discutieron las ventajas e inconvenientes de las ciudades pequeñas y se acordó, tras las intervenciones de varios socios y de miembros de las casas comerciales allí presentes, que convenía disponer de un espacio amplio para celebrar una exposición de instrumentos. La decisión final, que se comunicará a los socios por correo tan pronto se haya decidido, tendrá en cuenta todo lo anterior.



# SOLUCIONES HEWLETT-PACKARD PARA TODOS LOS LABORATORIOS

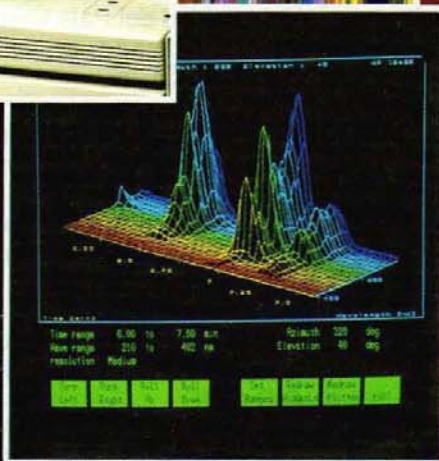
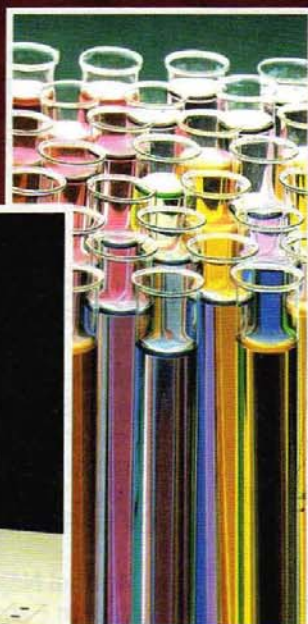
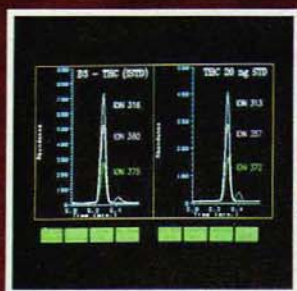
En el mercado de la Química Analítica Hewlett-Packard ocupa un puesto de liderazgo gracias, entre otros factores, a la amplitud de la oferta y la calidad y fiabilidad de los productos que fabrica y comercializa, consecuencia todo ello de las grandes inversiones que la Compañía realiza en Investigación y Desarrollo.

La gama de Instrumentación Analítica de Hewlett-Packard incluye las técnicas de:

- \* Cromatografía de Gases
- \* Cromatografía de Líquidos
- \* Espectrometría de Masas
- \* Espectrofotometría UV/VIS
- \* Espectrofotometría FT/IR y Emisión Atómica
- \* Sistemas de Automatización de Laboratorio

Y siempre con el compromiso de calidad asumido por Hewlett-Packard en la fabricación de sus productos, desde las fases de planificación y desarrollo hasta las finales de test de funcionamiento. Con un único propósito: ofrecer unos instrumentos fiables, que funcionen día tras día, año tras año. Con el aumento en la productividad del laboratorio que ello supone. Y si alguna vez hace falta, es bueno saber también que los instrumentos Hewlett-Packard están respaldados por la mejor organización de soporte a clientes de Europa.

Si está Vd. pensando adquirir instrumentación analítica para su laboratorio, consulte con Hewlett-Packard. Tenemos solución para cualquiera que sean sus necesidades.



# Nuevos socios del GCTA

Dña. M<sup>a</sup> José Iglesias Valdés-Solís  
Instituto Nacional del Carbón  
(CSIC)  
La Corredoria, s/n - Apdo. 73  
33080 OVIEDO (Asturias)

Dña. Adoración Monforte Carrasco  
(CICC)  
Ministerio de Sanidad y Consumo  
Avda. de Cantabria, s/n  
28042 MADRID

D. José Miguel Klett Caprani  
(CICC)  
Ministerio de Sanidad y Consumo  
Avda. de Cantabria, s/n  
28042 MADRID

Dña. M<sup>a</sup> Manuela Botas Rabasa  
(CICC)  
Ministerio de Sanidad y Consumo  
Avda. de Cantabria, s/n  
28042 MADRID

Dña. Lourdes Coll Mestres  
Santiveri, S.A.  
Encuny, 8  
08038 BARCELONA

Dña. Lourdes Ramos Rivero  
Instituto Química Orgánica General  
(CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

D. Esteban García Romero  
Estación de Viticultura y Enología  
Ctra. de Torrenueva, s/n  
13300 VALDEPEÑAS  
(Ciudad Real)

D. Javier Pérez Butragueño  
Liquid Carbonic de España  
Ctra. de Alcalá a Daganzo, Km. 4  
ALCALA DE HENARES  
(Madrid)

Dña. Ana Isabel Valle Flórez  
Instituto Química Orgánica General  
(CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Dña. M<sup>a</sup> Angela Manuel Torremorell  
Facultad de Química  
Universidad de Barcelona  
Martí i Franques, 1-11  
08028 BARCELONA

Dña. Trinidad Verdejo Robles  
Instituto de Recursos Naturales y  
Agrobiología  
Avda. Reina Mercedes, s/n  
41080 SEVILLA

D. Salvador Jané Riera  
Instituto Químico de Sarriá  
c/Instituto Químico de Sarriá, s/n  
08017 BARCELONA

D. Francesc Xavier Duarri Lloses  
Oro, 31  
08021 BARCELONA

D. Fco. J. Pérez-Illzarbe Serrano  
Instituto de Fermentaciones  
Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Dña. Isabel Carretero Rodel  
Instituto Químico de Sarriá  
c/Instituto Químico de Sarriá, s/n  
08017 BARCELONA

Dña. Nuria Lapeña Carbonell  
Centre de Seguretat i Higiene  
Dpto. de Treball  
Generalitat de Catalunya  
Avda. de L'Exercit, 39  
08034 BARCELONA

Dña. Anabel Nájera Ortigosa  
Facultad de Farmacia  
Universidad del País Vasco  
Portal de Lasarte, s/n  
01007 VITORIA

D. Antonio Domínguez Padilla  
Instituto Nacional del Carbón  
(CSIC)  
La Corredoira, s/n - Apdo. 73  
33080 OVIEDO (Asturias)

Dña. M<sup>a</sup> Dolors Pastor Rodríguez  
Dpto. Química Ambiental  
CID-CSIC  
Jordi Girona Salgado, 28-36  
08034 BARCELONA

Dña. Otilia Sánchez Marín  
Laboratorio Agroalimentario  
Ctra. de La Coruña, Km. 10,700  
28023 MADRID

Dña. Carmen Burbano Juana  
INIA  
Ctra. N-VI, Km. 7  
28040 MADRID

Dña. Laura Aldave de las Heras  
Instituto de Química Orgánica  
(CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

D. Fco. J. Señorans Rodríguez  
Instituto de Fermentaciones  
Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Dña. Nuria Chalaux Freixa  
Dpto. de Química Ambiental  
(CID-CSIC)  
Jordi Girona Salgado, 18  
08034 BARCELONA

Dña. M<sup>a</sup> Teresa Delgado Hervás  
Instituto de Fermentaciones  
Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Dña. M<sup>a</sup> Soledad Pérez Coello  
Cersyra  
Avda. del Vino, s/n  
13300 VALDEPEÑAS  
(Ciudad Real)

Dña. Esperanza Troyano Bermúdez  
Instituto de Fermentaciones  
Industriales (CSIC)  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Dña. Sofía Lluch Saunier  
Instituto Químico de Sarriá  
c/Instituto Químico de Sarriá, s/n  
08017 BARCELONA

Dña. Elisabeth Vidal Díaz  
Instituto Químico de Sarriá  
c/Instituto Químico de Sarriá, s/n  
08017 BARCELONA

Dña. Gloria Bioque Torralba  
Centro de Investigación y  
Desarrollo (CSIC)  
Jordi Girona Salgado, 18  
08034 BARCELONA

D. Isam Ismail Salem  
Universidad de Granada  
Campus Universitario de Cartuja  
18071 GRANADA

Dña. Carmen Fernández Jiménez  
Elnor Ibérica, S.A.  
Tierra de Barros, 6, nave 7  
28820 COSLADA (Madrid)

D. Juan Carlos Orte Martínez  
Dpto. de Química-Física  
Facultad de Farmacia  
Campus de Cartuja  
18071 GRANADA

Dña. Begoña Martínez Lao  
Dpto. de Química-Física  
Facultad de Farmacia  
Campus de Cartuja  
18071 GRANADA

D. Bernardo Hermosín Campos  
Instituto de Recursos Naturales y  
Agrobiología  
Apdo. 1.052  
41080 SEVILLA

D. Cesáreo Sáiz Jiménez  
Instituto de Recursos Naturales y  
Agrobiología  
Apdo. 1.052  
41080 SEVILLA

Dña. Clara de la Colina González  
Estación Experimental del Zaidín  
(CSIC)  
Profesor Albareda, 1  
18008 GRANADA

D. Amadeo Rodríguez Fdez.-Alba  
Dpto. de Química Analítica  
Facultad de Ciencias  
04071 ALMERIA

D. Alberto Antulín Fernández  
Laboratorios Glaxo, S.A.  
Parcela 60-62  
Políg. Ind. Allendeduero  
09400 ARANDA DE DUERO  
(Burgos)

D. José Luis Bernal Yagüe  
Dpto. Química Analítica  
Universidad de Valladolid  
Doctor Mergelina, s/n  
47005 VALLADOLID

Dña. María Jesús del Nozal Naldal  
Dpto. de Química Analítica  
Universidad de Valladolid  
Doctor Margelina, s/n  
47005 VALLADOLID

Dña. M<sup>a</sup> Pilar García Trigueros  
Pharma-Mar  
Calera, 3  
28760 TRES CANTOS (Madrid)

Dña. Ana Isabel Castellote Bargallo  
Facultad de Farmacia  
Universidad de Barcelona  
Avda. Joan XXIII, s/n  
08028 BARCELONA

Dña. Candelaria de Osuna Martí  
Compañía Cervecera de Canarias  
Avda. Angel Romero, 18  
38009 STA. CRUZ DE TENERIFE

D. Txomin Bargos Cuco  
Biotek  
Trapaga Elkartegia, 17  
48510 TRAPAGARAN (Vizcaya)

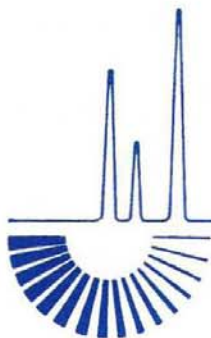
Dña. Pilar Brettes García  
Biotek  
Trapaga Elkartegia, 17  
48510 TRAPAGARAN (Vizcaya)

Dña. Rosa M<sup>a</sup> Martínez Martínez  
Lab. de Análisis y Control, S.A.  
Travesía Iván de Vargas, 3  
28019 MADRID

D. Viçenc Such Quintana  
Teknokroma, S. Coop. Lda.  
Apdo. 147  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS  
(Barcelona)

D. Jordi Traveset Masanes  
Teknokroma, S. Coop. Lda.  
Apdo. 147  
08190 SANT CUGAT DEL VALLÉS  
(Barcelona)

★ ★ ★



# lasing, s.a.

DIVISION ANALITICA

 Spectra-Physics  
Discover the Quality



- Cromatografía de líquidos (HPLC)
- Sistemas tratamiento de datos
- Integradores
- Columnas cromatográficas BROWNLEE

 oros  
instruments



- Purificadores de proteínas
- Detectores ONLINE para tamaño molecular

 JNTEE



- Secuenciadores de proteínas
- Colectores de fracciones

 Molecular Dynamics



- Densitómetros láser computerizados
- Densitometría directa
- Autoforesis

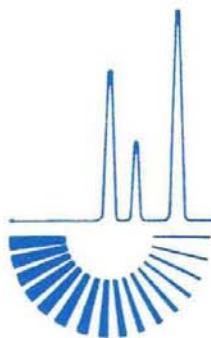
# lasing, s.a.

Marqués de Pico Velasco, 64  
Tels. 268 36 43/08 79 - Fax: 407 06 24  
28027 MADRID

**cromlab, s.a.**

Gomis, 52-54 - 08023 BARCELONA  
Tel. 211 10 32 - Fax 418 55 63





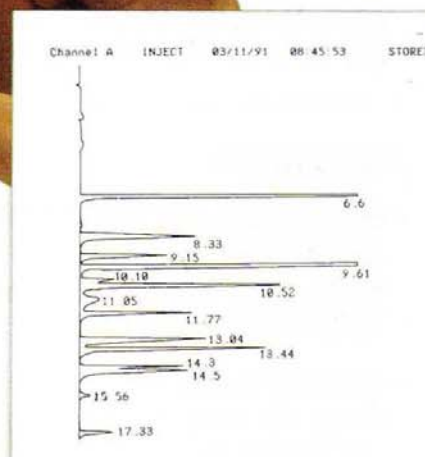
# lasing, s.a.

DIVISION ANALITICA

Desde la preparación de muestra hasta su completo análisis.

 Spectra Physics Analytical

Discover the Quality



DABSYL-AA 03/11/91 08:45:53

FILE	METHOD	RUN	INDEX
1.	5.	2	

ANALYST: M Dubois

SAMPLE	IS	LOT23	XF
1.	0.		1.

NAME	UC/ML	RT	AREA
Dabsyl-CL	0.	6.6	43515
Serine	0.9	8.33	9053
Threonine	0.460	9.15	7044
Glycine	0.465	9.61	29030
Alanine	0.462	10.52	19809
Methionine	0.476	11.77	7455
Ualine	0.482	13.04	12181
Tryptophan	0.886	13.44	8612
Leucine	0.404	14.3	6999
Isoleucine	0.420	14.5	10092
Lysine	0.412	17.33	4616
TOTAL	5.383		152986

## S p e c t r a S Y S T E M <sup>TM</sup>

... un concepto revolucionario en Cromatografía de Líquidos.  
«Preparación de muestra combinado con un análisis completo»  
«Inmejorables prestaciones en un equipo modular-integrado»  
«Teclado y display interactivo de fácil manejo»  
«Cinco años de garantía». Sólo quien confía en su calidad puede ofrecerla

**lasing, s.a.**

Marqués de Pico Velasco, 64 - 28027 MADRID  
Tels. 268 08 79 / 268 36 43 - Fax 407 06 24

**cromlab, s.a.**

Gomis, 52-54 - 08023 BARCELONA  
Tel. 211 10 32 - Fax 418 55 63

# Empresas colaboradoras

## PROTECTORAS

- FISIONS INSTRUMENTS ESPAÑA  
Avda. de la Industria, 32, 3º  
Políg. Ind. de Alcobendas  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
  - HEWLETT-PACKARD  
ESPAÑOLA, S.A.  
Ctra. N-VI, km 16,500  
28230 LAS ROZAS (Madrid)
  - HUCOA-ERLÖSS, S.A.  
Pº de la Castellana, 241  
28046 MADRID
  - KONIK INSTRUMENTS, S.A.  
Rosario Pino, 18  
28020 MADRID
  - PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.  
General Vives, 25-27  
08017 BARCELONA
- 

## ASOCIADAS

- BECKMAN INSTRUMENTS  
ESPAÑA, S.A.  
Avda. del Llano Castellano, 15  
28034 MADRID
- CHROMPACK  
Avda. de América, 58  
28028 MADRID
- IGODA, S.A. - MERCK  
General Martínez Campos, 41-3º  
28010 MADRID
- INSTRUMATIC ESPAÑOLA, S.A.  
Pº de la Castellana, 127, 2º A  
28046 MADRID
- IZASA, S.A.  
Aragoneses, 13  
Polígono Industrial Alcobendas  
28100 ALCOBENDAS (Madrid)
- KONTRON, S.A.  
Salvatierra, 4  
28034 MADRID
- KROMXPEK ANALITICA, S.A.  
Ctra. Cerdanyola, 65-67  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES  
(Barcelona)
- LASING, S.A.  
Marqués de Pico Velasco, 64  
28027 MADRID
- MICROBEAM, S.A.  
Rambla Volart, 38, entlo. 3º  
08026 BARCELONA
- MICRON ANALITICA, S.A.  
Antonia Ruiz Soro, 2  
28028 MADRID
- MILLIPORE IBERICA.  
DIV. CROMATOGRÁFICA WATERS  
Entenza, 28  
08015 BARCELONA
- PHILIPS IBERICA, S.A.  
Martínez Villergas, 2  
28007 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DEL OXIGENO  
Paseo de Recoletos, 18-20  
28001 MADRID
- SOCIEDAD ESPAÑOLA DE  
CARBUROS METÁLICOS  
Plaza de Cronos, 5  
28037 MADRID
- SUGELABOR  
Sicilia, 36  
28038 MADRID
- TEKNOKROMA  
Ctra. Cerdanyola, 71, 2º  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES  
(Barcelona)
- VARIAN-CHEMICONTRON, S.L.  
Avda. Pedro Díez, 25, 3º  
28019 MADRID

# Determinación de hidrocarburos aromáticos y alifáticos con un cromatógrafo supercrítico Lee 600

F. Armijo Castro y J.C. Mena

Laboratorio de Aplicaciones Hucoa Erlöss, S.A.

En líneas generales puede afirmarse que la cromatografía con fluidos en estado supercrítico (SFC) es una técnica cromatográfica en la que la fase móvil es un fluido en ese estado.

Aunque desde 1863 se conocen los fluidos en estado supercrítico, gracias a las experiencias de P. Andrews (1) que observó cómo en condiciones críticas de presión y temperatura, la distinción entre fase líquida y gas desaparece dando lugar a un fluido homogéneo, hubo de transcurrir un siglo para que E. Klesper y col. (2) aplicaran estos fluidos como fase móvil a la cromatografía. Técnica que ha adquirido desarrollo práctico a partir de los trabajos del profesor Lee y la introducción de columnas capilares (3).

Esta técnica ha extendido el ámbito de aplicación de la cromatografía al permitir el análisis de moléculas con alto punto de ebullición y escasa solubilidad, en las fases móviles habituales, resultando, en consecuencia, la más adecuada herramienta para el análisis de polímeros, tensoactivos, fármacos, colorantes, pesticidas, derivados del petróleo, etc., ya que hasta cierto límite, a temperatura constante, la solubilidad del problema en el fluido supercrítico crece acusadamente con la presión.

Es sabido que el contenido en hidrocarburos aromáticos de los combustibles para motores diesel, es un factor importante que hay que tener en cuenta, ya que afecta a la composición de las emisiones de los escapes. Hecho que aparte de otras razones impone el análisis de aromáticos en los combustibles líquidos.

De habitual referencia es la norma ASTM D 1319 (no cromatográfica) inaplicable en productos con punto de ebullición superior a 315 °C.

Grandes expectativas han despertado los proyectos de normalización del análisis de hidrocarburos alifáticos y aromáticos por cromatografía supercrítica. En las líneas siguientes damos una información sumaria del trabajo realizado en nuestro laboratorio de aplicación de acuerdo con esta tendencia.

A estos efectos hemos utilizado un cromatógrafo Dionex Lee Scientific compuesto por bomba, horno, detector de ionización de llama (FID), ACI (Advanced Computer Interface) y el "software" (600 D) necesario para configurar el sistema, controlar las condiciones del análisis, elaborar y almacenar los resultados.

Las muestras han sido diluidas en sulfuro de carbono y como columna se ha utilizado en lugar de una columna capilar, una de Chromegaspher (SI-60). El método consiste en inyectar una pequeña cantidad de muestra diluida en sulfuro de carbono y eluirlo utilizando el CO<sub>2</sub> en estado supercrítico como fase móvil, empleándose el detector de ionización de llama para indicar el momento de la emersión de los componentes y proporcionar una indicación cuantitativa de los mismos.

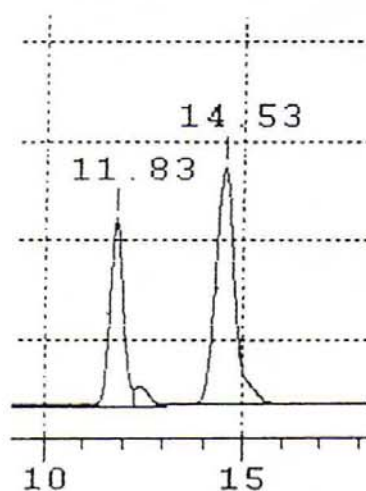
En la nota que sigue presentamos los resultados obtenidos con un cromatógrafo Lee (600 D) y deseamos señalar que no se ha procedido a ningún tipo de optimización del análisis, ya que sorprendentemente se trata de un caso que puede resumirse así "encender, inyectar y leer".

## CONDICIONES DEL ENSAYO

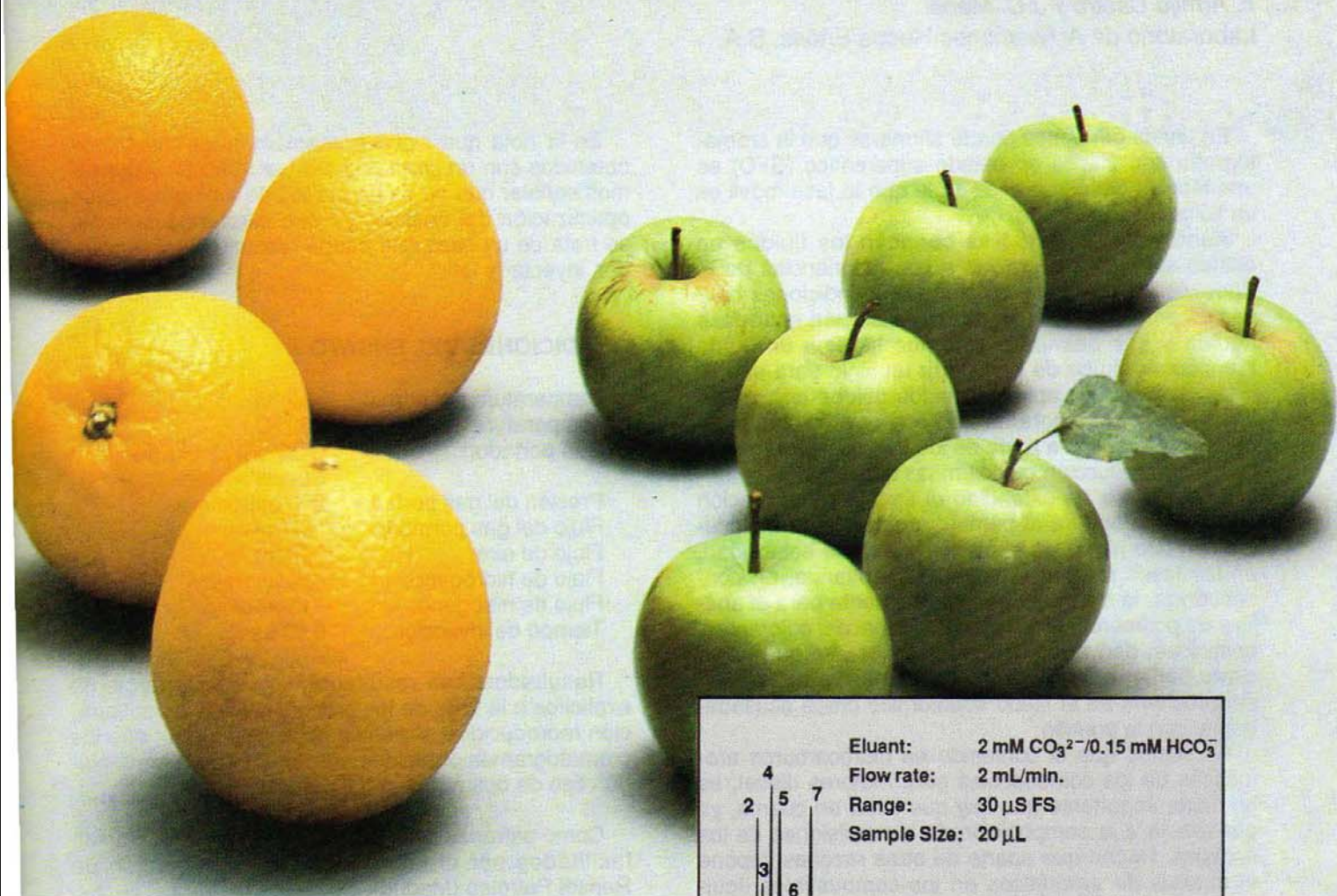
Temperatura del horno:	40 °C.
Temperatura del detector:	350 °C.
Gas portador:	CO <sub>2</sub> (SFC Grade Scott Specialty Gases).
Presión del gas portador:	200 atmósferas.
Flujo del gas portador:	37 mL/min.
Flujo de aire:	300 mL/min.
Flujo de hidrógeno:	50 mL/min
Flujo de nitrógeno:	15 mL/min
Tiempo de inyección:	0,035 seg.

Resultados: Los resultados son suficientemente explícitos a la vista de los cromatogramas a continuación reproducidos. Creemos necesario insistir que los cromatogramas obtenidos son "prima facies", sin ningún tipo de optimización del proceso.

Como patrones se han utilizado los generosamente facilitados por el laboratorio de investigación de Repsol Petróleo (Madrid).

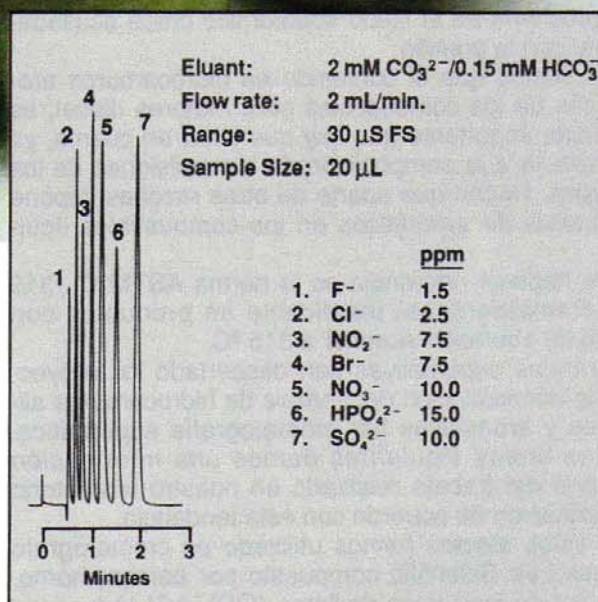


Cromatograma nº 1: Corresponde a la separación de un hidrocarburo alifático (n-docosano) y un hidrocarburo aromático monocíclico (benceno).



**DIONEX**

## LA COMPARACION NO ES POSIBLE

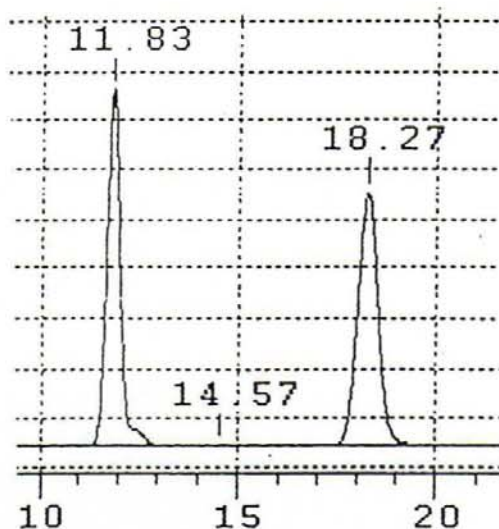


- Análisis de aniones y cationes.
- Análisis de carbohidratos.
- Análisis de aminoácidos.

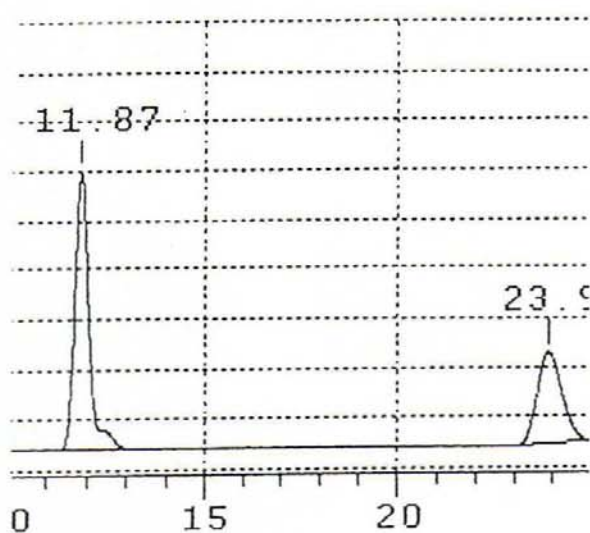


**Mucosa-Erlöss**

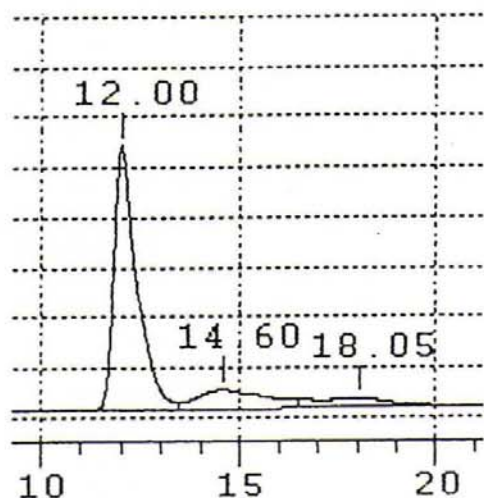
**MADRID 28046**  
 PASEO DE LA CASTELLANA, 241. TEL. (91) 733 72 12 (6 LINEAS) TELEX: 23655. FAX: 314 19 04  
**BARCELONA 08026**  
 AVDA. MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150-152. TELS. (93) 256 24 00 y 256 78 05. FAX: 256 48 88  
**SEVILLA 41009**  
 C./ HONDEROS, 10, (PLAZA DE LOS NARANJOS). TEL. (954) 37 70 41. FAX: 38 96 12



Cromatograma nº 2: Corresponde a la separación de un hidrocarburo alifático (n-docosano) y un hidrocarburo aromático bicíclico (metil naftaleno).



Cromatograma nº 3: Corresponde a la separación de un hidrocarburo alifático (n-docosano) y un hidrocarburo aromático tricíclico (antraceno).



Cromatograma nº 4: Corresponde a una muestra de combustible para motores diesel.

En todas las muestras se aprecia un pequeño pico, en la cola del hidrocarburo alifático, correspondiente al sulfuro de carbono utilizado como solvente.

Los tiempos medios de retención obtenidos para los diferentes hidrocarburos son:

Alifáticos (docosano) .....	12,00 min
Aromáticos monocíclicos (tolueno, benceno, xileno) .....	14,60 min
Aromáticos bicíclicos (metil naftaleno) ...	18,03 min
Aromáticos tricíclicos (antraceno) .....	23,90 min

### CONCLUSIONES

La resolución entre los picos con tiempos de retención más próximos, n-docosano y benceno, es de 4, lo que indica que el método es muy adecuado para la separación de este tipo de productos.

De acuerdo con los tiempos de retención obtenidos para los diferentes tipos de hidrocarburos analizados, la muestra de combustible para motores diesel está formada por un 75,9% de hidrocarburos alifáticos, un 18,1% de hidrocarburos aromáticos monocíclicos y un 5,9% de hidrocarburos aromáticos bicíclicos.

### BIBLIOGRAFIA

1. Andrews T.  
Phil. Trans. Roy. Soc.  
1869, 159, pág. 575.
2. Klesper, E. Corwin A.H. Turner DA.  
J. Org. Chem.  
1962, 27, pág. 700.
3. M. Novotny, S.R. Springston, P.A. Peaden, J.C. Fjeldsted, M.L. Lee.  
Anal. Chem.  
1981, 53, 407A.

★ ★ ★

## Novedades técnicas



### SOFTWARE PARA ANALISIS MEDIOAMBIENTAL PARA LA MS CHEMSTATION MS/DOS

Hewlett-Packard ha anunciado el lanzamiento de software llamado EnviroQuant para análisis medioambiental enfocado a un sistema monousuario, monoinstrumento para equipos de espectrómetros de masas HP controlados por estaciones de trabajo Chemstation Ms/Dos. Este software, desarrollado para analistas dedicados al control medioambiental, es un sistema integrado que también puede realizar análisis cuantitativo de propósito general. El sistema soporta asimismo redes locales estándar.

El software funciona en ordenadores personales con sistema operativo Ms/Dos y espectrómetros de masas HP, que proporcionan espectros de impacto electrónico clásico, reproducibles y cuantificables, que dan respuesta a tantos problemas legales y científicos. EnviroQuant también puede correr en un PC sin conectar ningún instrumento, para editar o revisar informes o análisis de espectros.

El análisis medioambiental se hace más fácil con EnviroQuant. Los menús están creados especialmente para análisis por espectrometría de masas, ayudando al usuario paso a paso en el análisis. Incluye control de calidad, así como factores clave, por ejemplo calibrado del espectrómetro de masas y que están incluidos como métodos de análisis y se realizan automáticamente. Un editor de gráficos permite al usuario revisar análisis y compararlos en las librerías. Se pueden crear informes y formas estándar en la Chemstation por lo que no es necesario transferir los datos del análisis a otros ordenadores para generar informes.

Métodos de análisis desde la calibración del detector de masas hasta la generación de informes están incluidos en el software. El usuario puede fácil y rápidamente llamar a un método y comenzar el análisis. También incluye editor de datos, especial creado para análisis medioambiental y un programa para creación de informes también especializado en este entorno.

Las capacidades del editor de datos, incluyen la corrección de los tiempos de retención ya en memoria, integración automática o manual, calibrado del detector usando Deca-fluoro-trifenil-fosfina, Bromofluoro-benceno, u otros compuestos, ficheros de resultados procesados que se pueden utilizar en otros programas de proceso de datos.

El programa de generación de informes basado en Excel (Microsoft) produce formas para análisis por espectrometría de masas. Las formas prefijadas pueden ser modificadas para atender a las necesidades de su laboratorio y pueden ser editadas previamente para añadir comentarios o modificar apreciaciones sobre los compuestos antes de imprimirlos. En control de calidad se pueden superponer análisis para así compararlos fácilmente y ver los límites de tolerancia. El programa acepta datos del editor de datos e incluye la posibilidad de búsqueda en librería

mediante un programa especial con la opción de selección manual de compuestos para tentativas de identificación a la vez que la creación automática de informes sigue activa.

### NUEVO ROBOT PARA LABORATORIO QUE AUTOMATIZA LA PREPARACION DE MUESTRAS

Tras el éxito alcanzado en su lanzamiento en USA el pasado mes de setiembre, el nuevo sistema robotizado para laboratorio de Hewlett-Packard, denominado ORCA, acaba de ser presentado en el mercado europeo.



El HP ORCA, siglas de Optimized Robot for Chemical Analysis, es un sistema flexible diseñado para automatizar el proceso completo del análisis de muestras. Cumple con las exigencias de aquellos grupos dedicados al desarrollo de sistemas de automatización de laboratorio que buscan aumentar la productividad de las aplicaciones analíticas.

El nuevo sistema HP ORCA ha sido diseñado para proporcionar las ventajas de la automatización al último elemento dentro del proceso analítico que quedaba por beneficiarse de tal ventaja: la preparación de las muestras. "La preparación de las muestras es una tarea tediosa, conduce a errores y consume mucho tiempo", comentó Donald E. Schoeny, Marketing Manager de la División de Analítica de Hewlett-Packard. "ORCA representa un gran avance en la tarea de eliminar el 'cuello de botella' que, para todos los laboratorios, supone la preparación de las muestras".

El sistema HP ORCA que se compone de un brazo robot, unos accesorios y un software Windows de

Microsoft (R), sirve para mover las muestras entre los diferentes instrumentos y periféricos del laboratorio, además de operar y analizar muestras complejas. Para asegurar su precisión y fiabilidad, incorpora tecnología digital, sus movimientos son armónicos y lleva codificadores ópticos.

El sistema puede encajar con toda facilidad en el banco de trabajo de cualquier laboratorio y su diseño antropomórfico permite un fácil acceso a un amplio rango de equipos de laboratorio, prácticamente cualquiera que sea su orientación. El brazo robot tiene seis grados de libertad y se mueve horizontalmente a lo largo de un raíl de precisión de 1 ó 2 metros. Los "dedos" intercambiables del robot son económicos y proporcionan una amplia funcionalidad. El usuario puede "enseñar" al brazo robot cualquier movimiento específico desde el teclado del PC o a través de un cómodo "joystick".

El funcionamiento del robot y de los instrumentos analíticos utilizados en la operación se controlan a través de un HP Vectra o cualquier otro computador personal compatible IBM, utilizando el Software de Desarrollo de Métodos 2.0 (MSD 2.0).

Mediante la interfase gráfica Windows de Microsoft (R), el MDS 2.0 hace posible el rápido desarrollo de aplicaciones analíticas y es capaz de ejecutar múltiples procesos simultáneamente.

Para lograr más flexibilidad y mayor productividad, el MDS 2.0 permite realizar multi-tareas y transferir datos a y desde otras aplicaciones Windows, incluyendo el Word de Microsoft y la hoja de cálculo Excel.

El sistema HP ORCA puede trabajar con instrumentos y periféricos de muchos fabricantes: cualquier instrumento que pueda comunicarse con HP Vectra o cualquier otro computador a través de las interfaces HP-IB, IEEE-488 o RS-232C, pueden ser incorporados al sistema robotizado HP ORCA.

### MEJORAS PARA EL SISTEMA DE AUTOMATIZACIÓN TOTAL DEL LABORATORIO

La nueva revisión del LAB/UX, Sistema de Automatización Total de Laboratorio (LIMS), proporciona al usuario capacidad para seguir el tratamiento de más muestras y mejor manejo de la información a un mejor precio. HP LAB/UX opera en el ordenador HP 9000 serie 800, equipo multiusuario, con tecnología PA-RISC. Además utiliza el sistema operativo HP-UX 8.0, que mejora la velocidad y resultados.

Esta nueva versión presenta las siguientes mejoras:

- Mejoras en la entrada de resultados desde otros ordenadores, como IBM hosts y PC's. Lo que les permite entrar nuevas muestras, obtener tests e imprimir hojas de trabajo.

- Módulos de estadística que permiten el seguimiento del trabajo que se realiza en el laboratorio, para mejorar el rendimiento y medir la eficacia.

- Preparado para trabajar con aplicaciones de control de estabilidad y análisis de Scientific Software, diseñados para industria farmacéutica y otras compañías.

HP LAB/UX es parte de la gama HP Laboratorio Unificado, que soporta OSI; Open System Interconnect, así como otros tipos de arquitectura. HP LAB/UX puede transmitir esta información a toda una

organización a través de redes de ordenadores estándar, puede comunicar desde PC's hasta mini-computadores pasando por Mainframes e incluyendo DEC VAX y ordenadores IBM.

PA-RISC, siglas de Arquitectura de Precisión Computación por sets de instrucciones reducidas.

HP-UX está basado y es compatible con sistema operativo USL UNIX. También compila con X/Open XPG3, POSIX 1003.1, FIPS151.1 y especificaciones de interface SVID2.

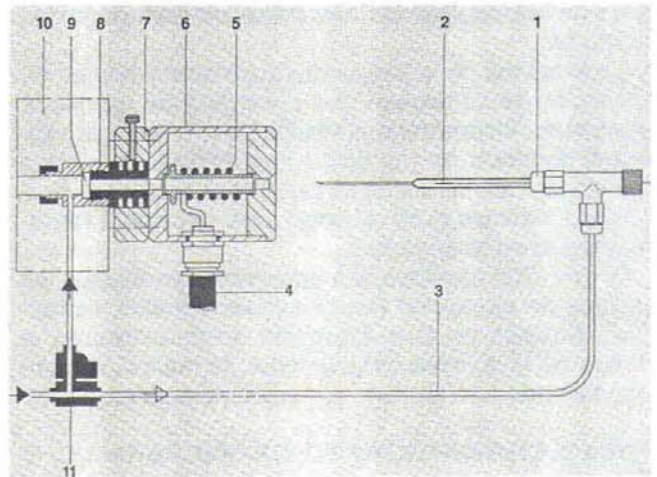
Unix es marca registrada de UNIX System Laboratories Inc.

X/Open es marca registrada de X/Open Company Ltd.

*Hucoa-Erlöss s.a.*

### PIROLIZADOR POR PUNTO DE CURIE

La empresa alemana Fischer-Labor, representada en España por la empresa Hucoa-Erlöss, presenta un pirolizador que, acoplado a un cromatógrafo de gases, permite analizar por fragmentación térmica, sustancias no volátiles tales como macroléculas, colorantes y polímeros que generan productos de pirólisis muy característicos.



El principio de funcionamiento del pirolizador es el siguiente: se deposita la muestra en el inyector del pirolizador (1), habiendo colocado previamente el filamento ferromagnético (2) correspondiente a la temperatura de trabajo de la aplicación (rango: de 300 a 1.000 °C).

Se introduce y atornilla el inyector (con la muestra) en la cámara de pirólisis en la cual se produce la fragmentación térmica utilizando la energía electromagnética del inductor al filamento ferromagnético (5).

Finalizada la fragmentación la muestra es arrastrada al cromatógrafo de gases utilizando el gas portador de este a través de una válvula de tres vías (11) y un tubo de teflón (3).

La cámara de pirólisis es de cristal y cubierta de acero inoxidable (6). La conexión de pirolizador al cromatógrafo de gases (10), se realiza directamente a la entrada del septum de este último (8 y 9).

Se suministran adaptadores (7) según el tipo y

modelo de cromatógrafo de gases que se vaya a utilizar.

La combinación pirolizador-cromatógrafo de gases permite optimizar la analítica de esta última técnica, presentando un interés importante en campos tales como el estudio de los mecanismos de polimerización.

### **EL SFE-703 DE LEE SCIENTIFIC DIONEX, UN NUEVO SISTEMA DE EXTRACCIÓN CON FLUIDOS EN ESTADO SUPERCRÍTICO**

En la última Pittsburg Conference de Chicago, marzo 1991, fue presentado por Lee Scientific, representada en España por Hucoa-Erlöss, este nuevo sistema de extracción, que elimina el empleo de disolventes orgánicos en la preparación de muestras, convirtiéndose en un insustituible auxiliar de cualquier tipo de cromatografía.

Una de sus principales características es su capacidad de trabajar simultáneamente con ocho células extractoras de hasta 32 mL de capacidad cada una, alcanzando la presión de extracción hasta 68 kg/cm<sup>2</sup> (68,5 MPa) y la temperatura del horno 150 °C.

El paso de condiciones supercríticas a ambientales, que resulta un grave problema en la mayoría de este tipo de extractores está eliminado en el SF-703 con el nuevo restrictor de temperatura controlada.

Por otra parte, el control de la temperatura de recogida de muestras y la adecuada geometría de los viales colectores asegura una recuperación uniforme tanto de los analitos de alto como de bajo punto de ebullición.

La exactitud de la temperatura, presión y tiempo de extracción se consiguen con el empleo de un microprocesador incorporado al equipo que, unido a la vigilancia continua de los flujos que circulan por cada una de las células extractoras, proporcionan las condiciones óptimas para alcanzar una excelente reproducibilidad en la extracción.

El SFE-703 sustituye con apreciables ventajas a los equipos de extracción líquida convencionales, extractores Soxhlet, en la preparación de muestras en el campo de la química de polímeros, fármacos, alimentos, derivados del petróleo y medioambientales.

### **NUEVO CROMATOGRFO DX-300 PARA I.C. Y H.P.L.C.**

Dionex Corporation, representada en España por Hucoa-Erlöss, ha desarrollado la nueva serie de cromatógrafos DX-300, tanto para cromatografía iónica como para H.P.L.C.

Dionex incorpora en los nuevos cromatógrafos la tecnología microbore tanto para cromatografía iónica como para H.P.L.C., lo que hace posible la resolución de una amplia gama de problemas analíticos con un sólo cromatógrafo.

La nueva bomba de gradiente cuaternario incorpora un sofisticado control de gradientes lo que unido a los avanzados materiales poliméricos con los que está construida tanto la bomba como todo el cromatógrafo lo hace ideal para aplicaciones de I.C. y de fase reversa de H.P.L.C., ya que la serie DX-300 es compatible con todo el rango de pH (0-14) así como con los eluyentes y buffers usados para separaciones inorgánicas, y con los solventes más comunes usados en fase reversa.



### **KONIK EN CROMATOGRAFIA DE GASES**

Nuevo catálogo de 10 páginas describe la serie C de los cromatógrafos Konik HRGC-3000 que incorpora a los tradicionales conceptos Konik de modularidad y capacidad de modernización permanente, una nueva interfase bidireccional RS232 y un horno de enfriamiento más rápido (de 250 °C a 50 °C en 5 minutos a temperatura ambiente de 18 °C).

Al inyector capilar multimodo le hemos añadido purga del séptum, mediante válvula controlada por el microprocesador que previene pérdida o discriminación de volátiles.

Se ha incorporado una versión de celda TCD para trabajar con capilares y se han rediseñado los detectores FID, ECD y NPD para facilitar su mantenimiento y simultáneamente normalizar más extremadamente su fabricación.

La gran facilidad con que se adaptan las válvulas inyectoras y de conmutación al chasis así como la facilidad de control de las mismas a través del microprocesador nos ha permitido abordar la normalización de configuraciones optimizadas para análisis específicos en la industria petroquímica (destilación simulada con capilares, gases de refinería, análisis para normas ASTM y UOP, etc.). Esta misma facilidad nos ha permitido abordar diversas soluciones a control de procesos.

Por último la serie C de los Konik HRGC-3000 se ofrecen en dos versiones, una a 220 V/50 Hz y otra para exportación a 110 V/60 Hz.

### **KONIK EN CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS**

La serie B de los Konik 500 HPLC con display alfanumérico a interfase bidireccional fue presentada en la pasada Expoquimia. Un nuevo catálogo de 12 páginas describe con todo detalle las características de esta línea de HPLC cuyo nivel de automatización y prestaciones de conjunto a los cinco años de su lanzamiento no han sido aún igualados por ninguna otra marca.

Konik ofrece una línea completa de detectores entre los que destaca el de barridos espectrales, similar al de fotodiodos, pero con mejor sensibilidad y eliminación de degradaciones fotoquímicas.

Konik Instruments presenta su nuevo sistema de manipulación y almacenamiento de datos para cromatografía con capacidad para el tratamiento de hasta 16 canales. Ocho grupos de dobles independientes entre sí, para el procesado de la señal de 8 cromatógrafos con 2 detectores cada uno de ellos.

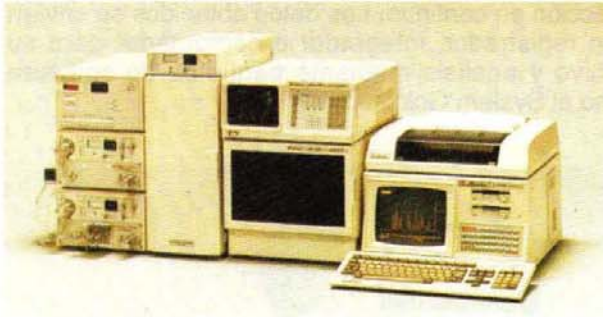
El sistema está basado en una interfase de altas prestaciones con un conversor A/D de 22 bits y una velocidad de muestreo de 100 Hz.

El paquete de software es ejecutable sobre un PC-386 en entorno Windows, lo que le confiere una gran comodidad y versatilidad en el manejo y visualización



# SHIMADZU HPLC

LC-6A



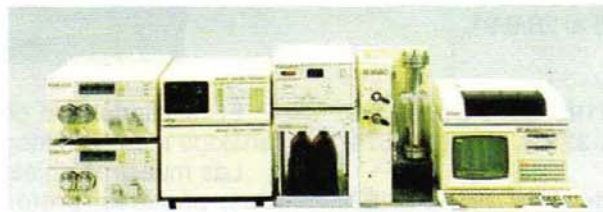
ANALITICO

LC-9A



INVESTIGACION

LC-8A



PREPARATIVO

## SU ELECCION EN HPLC

Consúltenos. Le atenderemos desde la más próxima de nuestras 18 delegaciones en España



**DELEGACION CATALUÑA:** 425 01 00. **BILBAO:** 476 13 50. **GIJON:** 35 67 46.  
**GRANADA:** 28 07 50. **LAS PALMAS:** 28 21 48. **MADRID:** 661 50 86.  
**MALAGA:** 39 28 87. **MURCIA:** 29 87 11. **PALMA DE MALLORCA:** 28 91 71.  
**SANTANDER:** 25 30 16. **SANTIAGO DE COMPOSTELA:** 58 28 00.  
**SALAMANCA:** 24 09 70. **SEVILLA:** 436 41 66. **TENERIFE:** 61 60 51.  
**VALENCIA:** 347 66 25. **VALLADOLID:** 23 59 27. **ZARAGOZA:** 56 04 46.

de los cromatogramas, así como la posibilidad de multitarea con el análisis de los datos, a la vez que muestra la adquisición de los cromatogramas en tiempo real. Asimismo, el paquete ofrece múltiples posibilidades en el análisis de datos con:

- control total de la integración (por intervalos de tiempo o individualmente para cada pico),
- calibración multinivel con varias funciones de ajuste,
- posibilidad de definición del informe de análisis por parte del usuario,
- exportación de datos a hojas de cálculo, etc.

## NUEVA DIRECCION DE KONIK EN ESTADOS UNIDOS

La filial de Konik en Estados Unidos ha trasladado sus instalaciones de Westport (Connecticut) a:

- 6065 N.W. 167th Street. Suite B-20
- Miami, Florida 33015 U.S.A.

Konik presenta a nivel internacional las nuevas series de cromatógrafos descritos, en los siguientes eventos:

- Pitcon, Chicago, del 4 al 8/3/91.
- Achema, Frankfurt, del 8 al 15/6/91.
- Chemasia Singapore, del 25 al 28/9/91.

Konik Instruments, S.A.

Ctra. Cerdanyola, 65-67, 08190 Sant Cugat del Vallés (Barcelona). Tel. (93) 674 32 50. Fax (93) 674 41 50.

Rosario Pino, 18, 28020 Madrid. Tel. (91) 571 67 84. Fax (91) 571 78 85.

Avda. del Puerto, 79, 12 puerta, 46021 Valencia. Tel. 362 26 04.

# BECKMAN

INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.

## P/ACE™ SYSTEM 2100

### SISTEMA DE ELECTROFORESIS CAPILAR

#### Introducción

El P/ACE™ System 2100 es el acontecimiento más excitante y revolucionario de la electroforesis aparecido hasta la fecha. Introducido por Beckman en el 1th International Symposium on Capillary Electrophoresis celebrado en Boston y dos meses más tarde en el 13th Symposium on Column Liquid Chromatography (Stockholm), ha significado para la comunidad científica de todo el mundo la disponibilidad de una técnica innovadora que ofrece unas expectativas insospechadas para obtener nueva información y resolver antiguos problemas de la investigación bioquímica.

#### ¿Qué es el P/ACE™ System 2100?

P/ACE™ significa Electroforesis Capilar Preparativa/Analítica. El P/ACE™ System 2100 es un equipo de electroforesis totalmente automático y programable, que permite la separación de una gama muy variada de diferentes tipos de muestras en una columna capilar de sílica fundida. La columna capilar

se encuentra alojada en un *cartucho* extraíble, que permite ser termostataada a través de la circulación de un líquido inerte por su interior. Las muestras son inyectadas automáticamente de dos formas a elegir: presión o voltaje. La separación de los componentes de la muestra se efectúa por su diferente comportamiento electroforético; en su desplazamiento hacia el electrodo pasan por la ventana de detección, constituida por el propio capilar, donde empleando un detector UV de longitud de onda variable se realiza la detección en continuo. Los datos obtenidos se envían a un registrador, integrador o computador para su archivo y análisis mediante paquetes de software como el System Gold.



El resultado final obtenido es un electroforegrama análogo a un cromatograma obtenido por HPLC.

Las muestras objeto de análisis incluyen aminoácidos, péptidos, proteínas, oligonucleótidos, ácidos nucleicos y glicoproteínas. El P/ACE™ System 2000 ha sido diseñado de forma que precisa un volumen mínimo de muestra para efectuar el análisis, habitualmente utiliza volúmenes de muestra de 5 microlitros, de los cuales tan sólo precisa inyectar entre 10 y 50 nanolitros.

El tiempo de análisis es muy rápido; las separaciones electroforéticas pueden realizarse hasta en segundos, aunque los tiempos normales transcurren de 10 a 30 minutos.

La electroforesis capilar también ofrece una sensibilidad muy elevada (femtomol  $10^{-15}$ ) y eficacia (superior a un millón de platos teóricos) de separación.

El P/ACE™ System 2100 ha sido diseñado pensando en el futuro. El empleo de columnas capilares en *cartucho* extraíble permite utilizar diversas técnicas de separación: geles de poliacrilamida, enfoque isoeléctrico, electroforesis en columna abierta con modificaciones de la pared interior del capilar, etc., ofreciendo múltiples posibilidades de selectividad. El detector de diseño modular permitirá complementario por otros de nuevo desarrollo (conductividad, fluorescencia, inducida por láser, radiactividad), ampliando sus posibilidades de detección en la misma medida que las necesidades se generen.

Contacte con Beckman Instruments España, S.A.

Avda. del Llano Castellano, 15.

Tel. (91) 358 00 61. 28084 Madrid.

Virgen de la Estrella, 13.

Tel. (954) 45 58 19. 41011 Sevilla.

Sabino de Arana, 46-48.

Tel. (93) 339 97 16. 08028 Barcelona.



Carlo Erba Instruments (Grupo Fisons), ha introducido una nueva familia de modernos y compactos cromatógrafos de gases, para satisfacer la gran demanda analítica requerida en el control de calidad y laboratorios de R&D.

Carlo Erba (Milán), forma parte de la división orgánica de Fisons Instruments, con una idea específica: "los productos son una brillante combinación de soluciones y tradicional exactitud contenida en un nuevo y moderno diseño, pensado para ofrecer una larga duración a su inversión".

La familia incluye tres series de instrumentos, todos diseñados con una excepcional calidad, bajo coste y alta productividad.

La serie 9000, está pensada como un instrumento de laboratorio para trabajar de una forma continuada en tareas rutinarias de análisis, requiriendo reproducibilidad y precisión durante largo tiempo. La facilidad de uso y el bajo costo conseguido con esta nueva serie hace que sea indicada para centros educativos.

La serie 8000, diseñada para cumplir con los más duros requerimientos en los actuales laboratorios con alto grado de automatización. Su extensa gama de detectores, para columnas capilares y empacadas, los hace imprescindibles para llevar a cabo aplicaciones rutinarias en los laboratorios de QC. Se pueden realizar múltiples combinaciones con los inyectores/detectores, para encontrar distintos métodos de desarrollo e investigación en los laboratorios.

La serie HRGC Mega 2, completa la familia, ofreciendo altos niveles de modularidad y versatilidad para satisfacer las mayores necesidades de demanda, investigación y desarrollo en los laboratorios.

Todos los instrumentos de esta familia, están diseñados para ser automatizados con un extensivo rango de optimización en muestreadores automáticos, incluyendo líquidos, espacio de cabeza (head space), desorción térmica y purge and trap.

Nuestra gama de novedades viene complementada con el nuevo detector de masas MD-800, de altas prestaciones y bajo coste, diseñado para cumplir con los más altos requerimientos necesarios en los laboratorios de QC y R&D.

La familia se completa con una amplia gama de sistemas de tratamiento de datos, incluyendo un nuevo sistema de alta facilidad de uso, sistema de adquisición de datos basado en PC de bajo costo y sistemas de datos para multiinstrumentos tipos LIMS.

Para ampliar esta información pueden dirigirse a una de nuestras oficinas comerciales en España:

Madrid: 908 605 164/165.

Barcelona: (93) 210 02 53-284 54 69.

Bilbao: (94) 444 76 70.

Sevilla: (95) 442 50 62.

## Nuevas columnas capilares metálicas

Chrompack está fabricando cada vez mayor gama de columnas capilares de acero en lugar de sílice fundida, que combinan la inercia y propiedades de separación de esta con la resistencia mecánica del acero que las hace prácticamente irrompibles.

La estabilidad térmica es mejor que la de la sílice fundida y resisten mayores temperaturas, sin peligro de roturas, como ocurre con las de sílice fundida y con las recubiertas de aluminio. Por otra parte, la fase está químicamente ligada y la inercia está garantizada mediante una nueva revolucionaria técnica de desactivación.

## Nuevas columnas HPLC para separaciones quirales

Chrompack ofrece sus nuevas columnas Ultron para separación de compuestos quirales por HPLC, especialmente indicadas para análisis de drogas: antiepilépticas, beta-bloqueantes, ansiolíticas, anti-parkinson, etc.

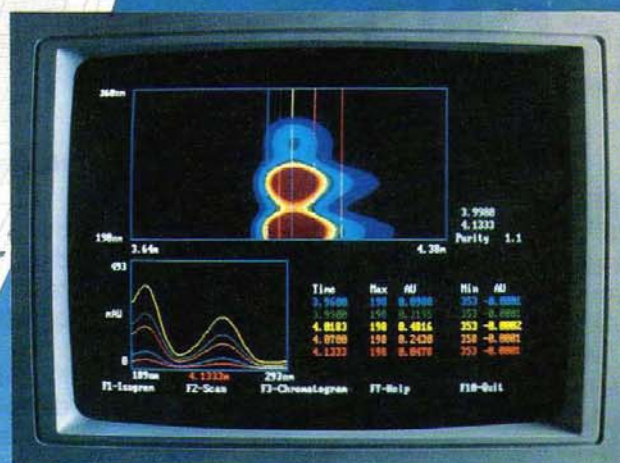
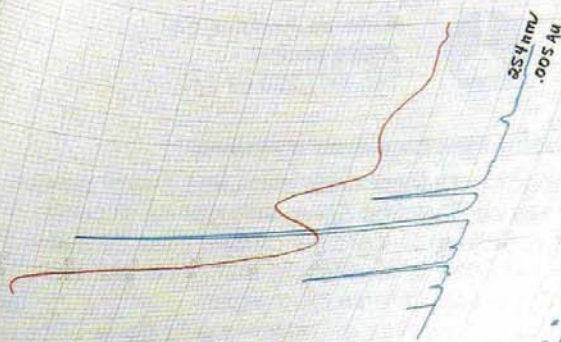
Por otra parte las nuevas columnas Chiral-Protein-HSA están indicadas para el análisis de compuestos biológicos sin interferencias de proteínas.



## Filtros para gases en cromatografía

Una nueva unidad de filtración, sustituye a los conocidos filtros individuales de Chrompack. Consta de cuatro filtros que eliminan oxígeno, humedad, hidrocarburos, etc., tanto de los gases portadores como de los flujos de hidrógeno y de aire para los detectores FID, purificándoles a niveles de menos de 1 ppm de oxígeno y de humedad.

La instalación de los nuevos cartuchos, se realiza en segundos y sin peligro de que entre aire en el sistema durante el cambio.



## ELIJA DESDE SU PUNTO DE VISTA...

*LDC Analytical le proporciona lo MAXIMO y lo MINIMO en equipos de HPLC con detección por fotodiode array.*

MAXIMA sensibilidad con mínimo ruido.

MAXIMA linealidad de respuesta con mínimo efecto RI.

MAXIMA estabilidad de flujo con mínimas pulsaciones de línea de base.

MAXIMA rentabilidad con mínimo mantenimiento.

MAXIMA información con mínima complejidad usando el Software Thermo Chrom PDA.

y con la MAXIMA garantía de calidad.



LDC Analytical

**MICRON ANALITICA, S.A.**  
**"The HPLC People"**

ANTONIA RUIZ SORO, 2 - 28028 MADRID - Tel. 361 24 40 - Fax 356 70 58

### Nuevas columnas de HPLC de grafito

Las nuevas columnas Hypercarb con base de grafito, presentan las siguientes ventajas frente a las convencionales de base de sílice: alta dureza mecánica; alta resistencia frente a disolventes agresivos; estabilidad química a pH desde 0 a 14; ninguna pérdida de reproducibilidad ni de rendimiento; pueden usarse tanto como fase reversa como fase normal; pueden usarse también para separación de isómeros.

### Nuevas columnas análisis de isómeros ópticos

Chrompack ya venía ofreciendo columnas capilares de 25 m y 50 m de Chirasil-L-Val, Chirasil-D-Val y XE-Valine, para análisis de isómeros ópticos (aminoácidos, aminas, carbohidratos, quiral alcoholes, etc.).

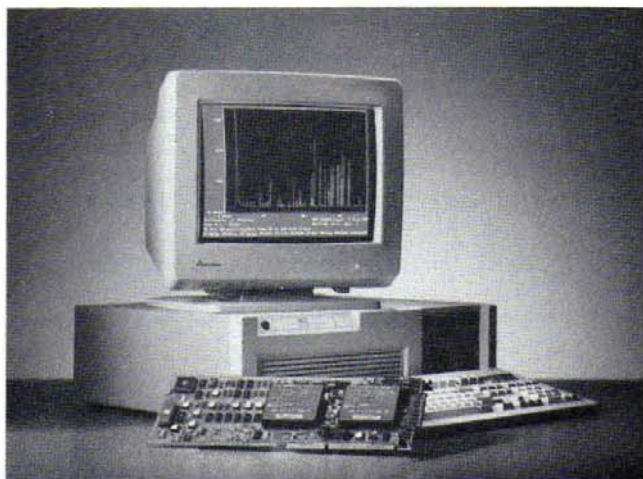
Ahora Chrompack ofrece sus nuevas columnas capilares CP-Cyclodextrin capaces de separar muchos isómeros ópticos que no era posible separar hasta ahora. Esta columna es también excelente para el análisis de compuestos no quirales, como por ejemplo los isómeros del xileno. La nueva fase es muy inerte y permite la separación de compuestos polares sin derivatizar tales como dioles, así como excelente separación de hidrocarburos cíclicos apolares.

# Instrumatic®

The Pan-European Technology Group

### TARJETA DE ADQUISICION PARA CROMATOGRAFIA

Data Translation anuncia la DT2802, una tarjeta de adquisición de datos de 24 bits de resolución para trabajar en AT, que ha sido especialmente diseñada para aplicaciones de cromatografía de líquidos (HPLC) y de gases (GC); ofreciendo una alternativa muy ventajosa por precio y prestaciones a los tradicionales integradores empleados en estos sistemas.



La DT2802 se ofrece con uno o dos integradores independientes (convertidores de voltaje a frecuencia), cada uno con su propia base de tiempos y una resolución de una parte entre 16.777.216, lo que significa una gran capacidad de detección para concentraciones a nivel de traza. Cada integrador admite 2 canales de entrada diferenciales y su autocalibración asegura la consistencia del muestreo a lo largo del tiempo.

El subsistema de E/S digitales ofrece 4 líneas de entrada diferenciales capaces de comandar contactos cerrados sin necesidad de alimentación externa y 4 líneas digitales de salida de 24 V. aisladas ópticamente.

La DT2802 incorpora el microprocesador programable MC68HC11 de Motorola, lo que le permite operar independientemente de la CPU del ordenador y conseguir la máxima flexibilidad en toda la operatoria de la tarjeta. Además de la conexión directa a través de un slot al bus del AT, la DT2802 dispone de una puerta serie RS-232 controlada por el microprocesador que le permite conectarse a un cromatógrafo por ejemplo, o usar esta puerta serie para conectarse a un host remoto y así controlar el microprocesador y tener acceso a todas las funciones de la tarjeta desde dicho host.

Para facilitar el desarrollo de aplicaciones, la tarjeta se entrega con una librería para Microsoft C. Respecto al software de aplicación, la DT2802 está soportada por el software específico desarrollado por las principales compañías involucradas en el área de cromatografía: Lab Calc de Galactic Industries, Chrom Perfect de Justice Innovations, LabTech Chrom de Laboratory Technologies y EZChrom de Scientific Software.

Representante exclusivo: Instrumatic Española, S.A., Paseo de la Castellana, 127 - 28046 Madrid.



### UN NUEVO CONCEPTO EN INSTRUMENTACION HPLC: SERIE LC-10 DE SHIMADZU

La firma Shimadzu Corporation está introduciendo con gran éxito la nueva serie LC10. Altas prestaciones, flexibilidad excepcional debido a su modularidad, facilidad de operación y otras características notables se combinan en un cuerpo compacto.

El sistema HPLC Shimadzu LC-10A se ha diseñado reuniendo todas las necesidades del cromatografista: una nueva óptica y electrónica para el detector UV (UV-VIS), bombas que aportan un suministro de disolvente libre de pulsos y un control de temperatura de la columna de alta precisión proporcionan una sensibilidad incomparable.

Por primera vez en este campo Shimadzu adopta la tecnología de fibra óptica en estos instrumentos, garantizando una comunicación extremadamente rápida y fiable en todos los módulos LC-10.

Gracias al diseño compacto y a la modularidad de esta serie, un sistema totalmente automático sólo requiere menos de 60 cm de espacio en la mesa del laboratorio. Desde el panel frontal se accede fácilmente a todas las partes necesarias para instalación y mantenimiento. Además, el sistema puede monitorizar el estado de las partes consumibles (por ejemplo, tiempo de vida de las lámparas, del detector y de los sellos de los pistones de las bombas) y se pueden comprobar en cualquier momento. Cada módulo se puede utilizar en forma independiente o combinado en un sistema individual.

Esta nueva serie ofrece dos tipos de bombas de trabajo en el rango de flujo analítico:

- LC-10AS: Es una bomba de un sólo pistón basada en la bien conocida LC-6A y por tanto muy adecuada para trabajos de análisis de rutina. Su programabilidad permite el trabajo en gradiente binario a alta presión gobernando una segunda bomba.

- LC-10AD: Para cromatografistas que trabajan en los más bajos límites de detección, esta bomba de doble pistón será la alternativa ideal. Los pistones de microvolumen y alta velocidad, con función automática de supresión de pulsos permiten un suministro de disolvente libre de pulsos y altamente estable en un rango de uno a 9.999 microlitos.

Las características clave de los nuevos detectores de doble longitud de onda de Shimadzu son su sistema óptico totalmente renovado y su nuevo diseño electrónico. El cambio de longitud de onda a alta velocidad del monocromador, la nueva construcción de la celda de flujo y la digitalización de datos, aporta un nivel de ruido incomparable: menor que  $0,5 \times 10^{-5}$  A. Estos detectores permiten efectuar medidas simultáneas de dos longitudes de onda, cromatograma relación de ambas longitudes de onda y barrido de longitudes de onda (espectro).

La unidad de control SCL-10A sigue la filosofía de aprendizaje fácil y operación sencilla (funciones AYUDA). La utilización de fibra óptica permite el control de todos los módulos del sistema sin interfaces. El reconocimiento automático de los instrumentos conectados junto con la visualización del espectro permite casi cualquier deseo del usuario.

La disponibilidad del inyector automático inteligente SIL-10A con funciones de pretratamiento de muestra y enfriamiento y el horno de columnas CTO-10AC junto con una gran variedad de válvulas completa el conjunto del sistema LC-10A.

#### INYECTOR DE MUESTRAS AUTOMÁTICO SHIMADZU MOD. AOC-14/1400 PARA CROMATOGRAFIA DE GASES

El inyector automático AOC-14/1400 presenta versiones para 6, 12 ó 100 muestras. No importa si el usuario está interesado en alta capacidad de muestra o en inyección automática de precisión, en cualquier caso se puede encontrar el sistema más adecuado aquí.

La característica más notable del AOC-14/1400 es la inyección de muestra. Por ejemplo, se pueden seleccionar varios parámetros, tal como volumen de inyección y velocidad o que en el sistema se puedan seleccionar diferentes viscosidades de muestra. Además, permite la elección de cuatro modos de inyección diferentes:

- convencional
- flujo de disolvente con o sin burbuja de aire
- flujo de disolvente múltiple.

El inyector puede funcionar autónomamente pero también permite control externo vía PC o integrador. Permite utilizar viales de 1,5 ml. y 4 ml. y las muestras se pueden calentar o enfriar.

Para mayor información sobre este inyector de muestras contáctenos en Madrid (91) 661 50 86, en Barcelona (93) 401 03 03 o en cualquiera de nuestras delegaciones.

#### NUEVOS SISTEMAS DE BOMBEO KONTRON SERIE 300

La serie 300 de bombas Kontron para HPLC está basada en la bomba programable 320, con doble cabezal en serie, lavado de los pistones, CSP (column shock protection) y el nuevo ICC (Intelligent compressibility compensation) para flujos de 0.000 a 10.000 ml/min. Desde ella se pueden comandar los autoinyectores y detectores Kontron de la misma familia 300.



La novedad que dicho sistema aporta es la capacidad de, mediante sencillos kits y a bajo precio, complementar la bomba isocrática 320 para versiones de gradiente ternario a baja presión con purga de helio individual (sistema 325) o para gradiente binario en alta presión (sistema 322) a un precio muy reducido.

#### DETECTOR DIODE-ARRAY KONTRON 440

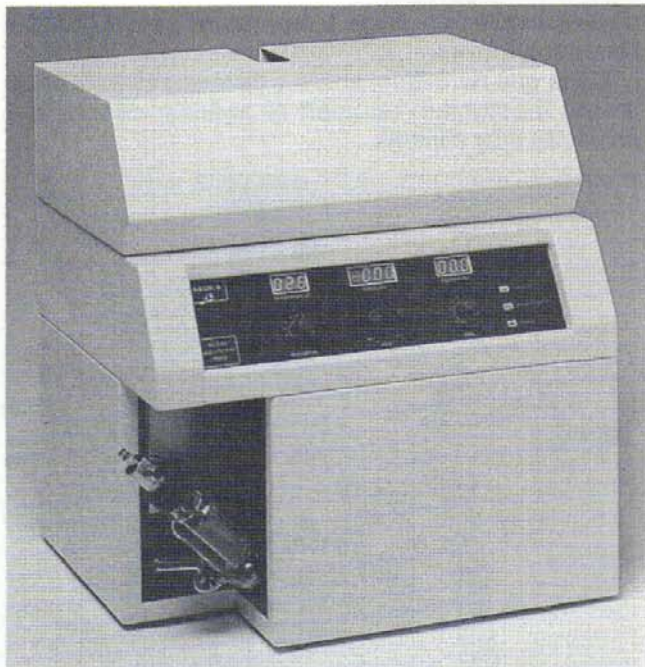


Con 512 diodos y una sensibilidad que permite el análisis de trazas (ruido de fondo inferior a 0,25 mAbs). Incluye edición de librerías espectrales con búsqueda de compuestos analizados y obtención de

factores de comparación; análisis de pureza de picos, con factores de pureza; método de análisis automatizados; reprocesado, y canales analógicos programables simultáneos y fácil manejo vía menú.

## DETECTOR DE DISPERSION DE RADIACION SEDEX-45

Los detectores de dispersión constituyen una clara alternativa a los métodos refractométricos, es decir, con aplicación a moléculas difícilmente detectables por otros métodos. Se ha dicho hasta ahora que este tipo de detectores mejoraban el empleo de los refractómetros en su compatibilidad con los gradientes cromatográficos aunque la sensibilidad conseguida no resultaba mejor. En el caso del detector Sedex-45, en sus versiones para HPLC o SFC, utilizable en métodos isocráticos o con gradientes, las sensibilidades conseguidas siempre son, según el caso, superiores en 10 a 500 veces a las conseguidas con un detector refractométrico diferencial.



## NUEVOS SOFTWARES DE VALIDACION Y SUITABILITY TEST KONTRON

Para los conocidos datasytems Kontron MT-1, MT-2, MT-EMS, PC Integration Pack o D450. Capaces de, mediante el cálculo estadístico de cada uno de los parámetros cromatográficos que el sistema puede calcular (desde tiempo de retención, área, etc., hasta constantes de capacidad, resolución, número de platos, etc.), validar métodos, realizar representaciones gráficas de la evolución histórica de los parámetros, formatos de presentación X-quer, en el idioma local, etiquetar permisividad, caducidad de patrones y calibrados, etc.

Kontron Instruments, S.A.

Salvatierra, 4.

28034 Madrid.

Tel. 358 18 35. Télex 23832. Fax 729 37 52.

ESPECIALISTAS EN CROMATOGRAFIA Y ESPECTROSCOPIA  
CONSUMIBLES Y ACCESORIOS PARA ANALISIS Y CONTROL

CROMATOGRAFIA (BASES, HPLC, GFC...)

ESPECTROSCOPIA  
(AA, IR, UV-VIS, NMR)

PATRONES Y  
REACTIVOS

MATERIAL  
ALICOLAR

**KROMXPEK**

KROMXPEK ANALITICA, S.A.

## a) MATERIAL CONSUMIBLE

### 1. Spherisorb. Nuevas columnas para HPLC.

– *Spherisorb TG*, para el análisis de lípidos.

El análisis de la composición de triglicéridos de mezclas de grasas complejas, requiere una eficiencia de más de 130.000 platos/m. Esto se puede obtener juntando 2 columnas TG15 en serie.

– *Spherisorb PAH*, para el análisis de hidrocarburos aromáticos policíclicos. Garantiza un mínimo de 60.000 platos/m. para la elución de pireno bajo condiciones isocráticas, con eluyentes acetonitrilo/agua. Resuelve análisis difíciles de conseguir con una columna ODS convencional; p.e. separación de antraceno y criseno.

– *Spherisorb ODS-B*, para el análisis de sustancias básicas. Permite realizar separaciones de compuestos básicos (N, N dietil anilina, difenodramina, procinamidas, alcaloides complejos...) sin encontrar colas en los picos que se dan trabajando con columnas ODS convencionales.

### 2. Computational Chemistry.

Disponemos de nuevos programas especialmente desarrollados para PC en laboratorios químicos. Entre estos podemos encontrar programas para obtener modelos de moléculas, de optimización para HPLC, para dibujar estructuras químicas, ajustar curvas, ajustar picos, de plotting y programas matemáticos.

Destacamos por su importancia el software de optimización para HPLC: HIPAC del cual hay 3 modalidades.

– *HIPAC B*: para separaciones isocráticas. Optimiza la composición de la fase móvil en separaciones binarias de fase reversa o normal. Simula los cromatogramas en la composición óptima o en otras composiciones y también puede optimizar los parámetros del sistema.

– *HIPAC G*: para la optimización y simulación de separaciones en fase reversa de gradientes lineares o multilineares.

– *HIPAC TQ*: para la optimización y simulación de separaciones isocráticas complejas ternarias y cuaternarias. Incluye la posibilidad de optimizar simultáneamente parámetros como la fase móvil, PH, composición del eluyente y modificador.

Disponemos diskette de demostración. Solicítelo.

### 3. S.G.E.

*Nuevas columnas capilares para GC.*

– *CYDEX-B*: nueva columna para el análisis de isómeros ópticos y posicionales, que presenta una fase estacionaria de Betaciclodextrina.

Les garantizamos resultados óptimos ya que cada una ha sido probada individualmente.

De gran interés entre otras en las áreas farmacéutica, productos naturales, aceites esenciales, aromas y enantioespecificidad biológica.

– Destacamos aquí por su gran aceptación entre nuestros clientes algunas columnas de gran eficacia y utilidad.

– *BPX70*. Columna de elevada polaridad para el análisis de esteres metílicos de ácidos grasos de hasta 30 C. Con gran cantidad de uniones entrecruzadas, es capaz de aguantar sin degradación, temperaturas de hasta 300 °C.

– *Columna HT-5* recubierta de poliamida. Ideal para aplicaciones que requieren temperaturas elevadas o programas de temperaturas rápidos. El recubrimiento de poliamida proporciona un sangrado mínimo. Ideal para el análisis de esteres metílicos de ácidos grasos, pesticidas en ECD o GC-MS, compuestos aromáticos, compuestos halogenados, triglicéridos en inyección directa. Temperatura máxima operativa 480 °C.

#### 4. Chem Service.

Ofrecemos dos catálogos, de los cuales uno está dedicado a patrones de pesticidas y metabolitos y el segundo a estándares analíticos, cubriendo un amplio rango de compuestos con un total de 5.000 especialidades.

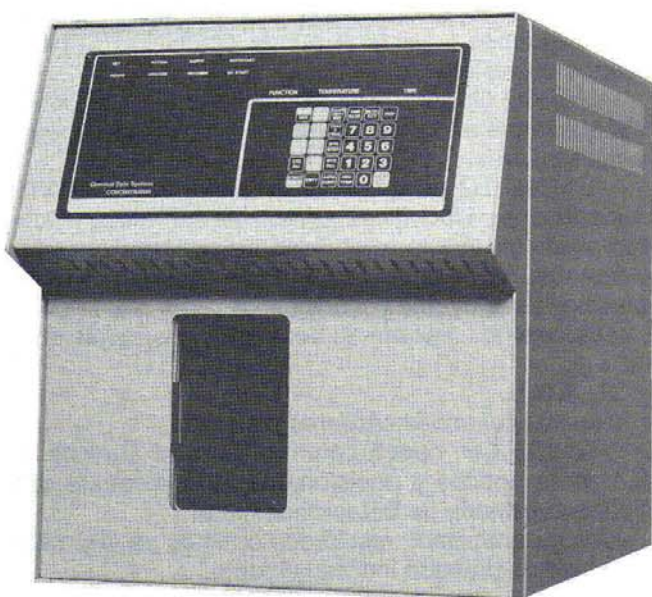
### b) INSTRUMENTACION

Les informamos aquí de algunas de las novedades que hemos incorporado en nuestra División de Instrumentación.

#### 1. Peakmaster.

De nuestra representada CDS Analytical, les presentamos el concentrador de purga y trampa Peakmaster. Sistema de espacio de cabeza dinámico único, que incluye, entre otras características:

- Análisis de sólidos, líquidos o gases sin cambiar la trampa.
- Análisis de aguas mediante recipientes fritos.
- Desorción térmica para sólidos, tierras y cartuchos de monitorización de aire.
- Desorción térmica directa al GC.
- Puede trabajar con diferentes recipientes o con inyectores automáticos.



– Cumple todos los requerimientos de análisis medioambientales de la EPA.

– Interface a cualquier cromatógrafo con columnas capilares y de relleno.

– Trampa criogénica y focalización criogénica.

Si está interesado no dude en consultarnos pues le ampliaremos más esta información.

#### 2. Nuevo inyector PTV. Sistema de inyección en frío.

Puede instalarse en cualquier tipo de cromatógrafo de gases, proporcionando muchas ventajas entre las cuales podemos destacar:

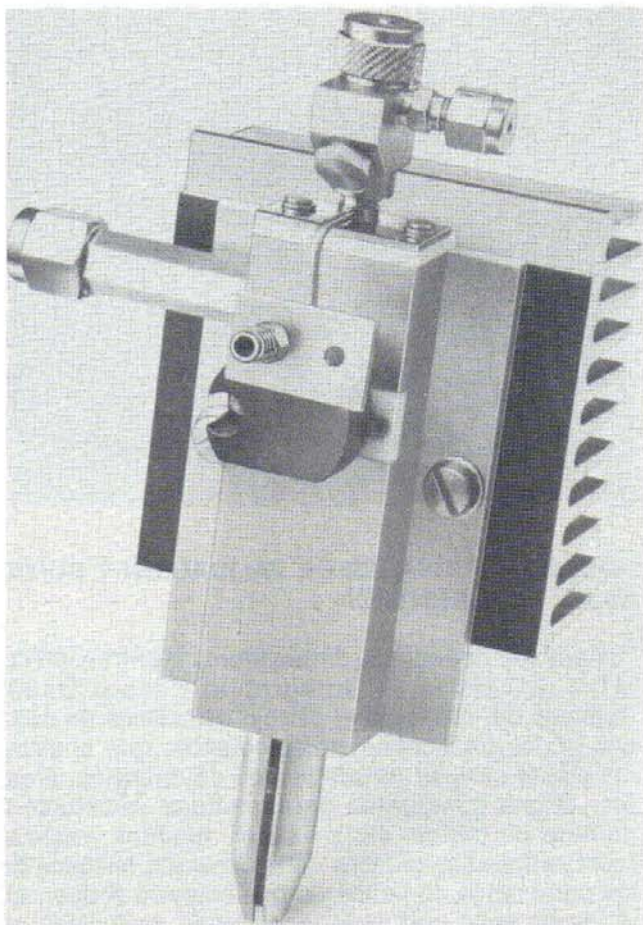
– Elimina algunos de los problemas que un inyector convencional puede conllevar como por ejemplo la discriminación en sistemas split/splitless.

– La muestra líquida es inyectada en frío, evitándose así la posible vaporización desde la aguja de inyección.

– La muestra no se inyecta directamente en la columna, sino a un tubo de vidrio (variable según aplicación) que está en la cámara de vaporización.

– El calentamiento de la cámara después de la inyección puede darse en rampas de 2-12 °C/seg. y 2 niveles consecutivos de temperatura seleccionables libremente.

Cosa que permite el análisis de sustancias térmicamente inestables, también el análisis de trazas y muestras muy diluidas.



#### 3. Secomam

Hemos ampliado nuestra oferta en instrumentación analítica con la línea de espectrofotómetros Secomam que ofrece 6 niveles de sofisticación para que usted pueda elegir en base a sus necesidades.



# Haga Preguntas Difíciles



## El sistema GC/MS Saturn II le dará las respuestas correctas

Sin resultados de compromiso. Sin tener que confiar únicamente en la monitorización de un solo ion para la interpretación del espectro completo.

Exija lo mejor. El sistema GC/MS Saturn II, con la tecnología "ion trap" de última generación, proporciona librería de búsqueda y comparación de espectros, barrido de masas sobre el espectro total y obtención de espectros a nivel ultra-traza, incluso partes por trillón. Esta es la razón por la que el Saturn II cumple, y supera, las altas exigencias para la determinación de

contaminantes atmosféricos y para el análisis de aguas potables.

Esta magnífica sensibilidad se alcanza incluso para compuestos lábiles o tóxicos presentes en muestras "sucias" como lodos y suelos. Por lo tanto, menores cantidades de muestra pueden ser usadas para realizar extracciones en fase sólida o líquida, con el consiguiente ahorro de tiempo y dinero.

Permitanos demostrarle cómo el Saturn II proporciona las más altas prestaciones en tecnología GC/MS. Llámenos al 91/472.76.12 ó al 93/265.70.02

**Varian Chemicontrol S.L.**  
Avda. Pedro Diez, 25  
28019 Madrid  
Tel: 472 76 12  
Fax: 472 50 01

c/Caspe, 118  
08013 Barcelona  
Tel: 265 70 02  
Fax: 265 85 62

GC • GC/MS • HPLC • AA • ICP • UV-Vis-NIR • NMR • Preparación de muestras

**varian** 

# Una alianza para el futuro



**varian**  *chemicontrol*

#### **CROMATOGRAFOS DE GASES**

Serie 3000. Fiabilidad. Versatilidad y altas prestaciones para todo tipo de aplicaciones.

#### **SISTEMAS GC/MS**

Saturn II. Máxima sensibilidad para la identificación y confirmación de trazas. Tecnología "ion trap". Biblioteca de espectros.

#### **CROMATOGRAFOS DE LIQUIDOS (HPLC)**

Sistema LC Star. Sistema modular integrado para Cromatografía Líquida con control centralizado vía Estación de Datos.

#### **ESPECTROFOTOMETROS DE ABSORCION ATOMICA**

Serie SpectrAA. Sistemas con control centralizado. Tecnología Zeeman para Horno de Grafito.

#### **ESPECTROMETROS DE PLASMA ICP**

Serie Liberty. Sistemas secuenciales de prestaciones analíticas únicas.

#### **ESPECTROFOTOMETROS UV/VIS/NIR**

La nueva generación de los legendarios equipos CARY.

#### **Varian Chemicontrol, S.L.**

Avda. Pedro Díez, 25  
28019 Madrid  
Tel.: 472 76 12  
Fax: 472 50 01

c/Caspe, 118  
08013 Barcelona  
Tel.: 265 70 02  
Fax: 265 85 62

GC • GC/MS • HPLC • AA • ICP • UV-Vis-NIR • NMR • Preparación de muestras

**varian** 

Puede encontrar desde el modelo más sencillo (Prim C), hasta los más avanzados unidos a ordenador pasando por los modelos más estándar. Si necesita algún tipo específico de espectrofotómetro no dude en consultarnos, seguro que tenemos el que usted necesita.

#### 4. SERAL. Sistemas de purificación de agua.

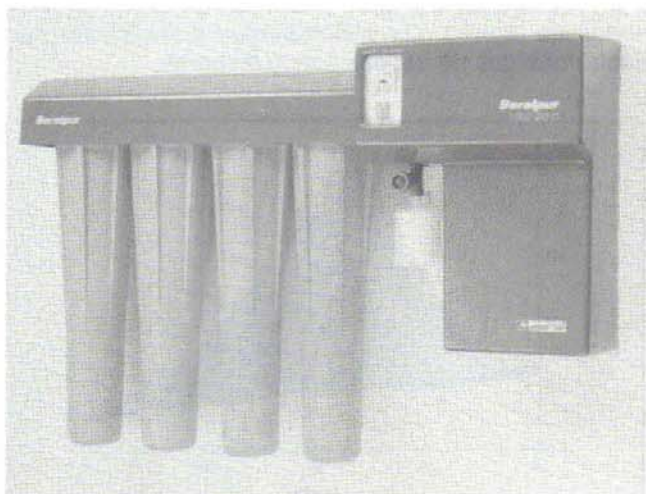
En la línea de tratamiento de aguas ofrecemos toda la experiencia de la empresa líder en Alemania, tanto en el tratamiento de aguas a escala laboratorio, ofreciendo equipos versátiles, de tamaño adecuado con elevada eficacia, como a nivel industrial con equipos mucho más sofisticados.

Ofrece varios niveles de purificación:

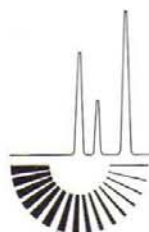
– Pretratamiento para obtener agua más blanda libre de iones calcio y magnesio.

– Tratamiento: que proporciona una desmineralización parcial mediante sistemas de ósmosis inversa y desmineralización mediante intercambiadores iónicos.

– Posttratamiento para obtener desde agua libre de clorados y materia orgánica hasta el uso de radiación UV y la ultrafiltración para obtener agua libre de microorganismos y pirógenos.



Consúltenos su problema, tenemos la solución.  
Kromxpek Analítica, S.A.  
Apdo. 282, Ctra. Cerdanyola, 65-67.  
08190 Sant Cugat del Vallés (Barcelona).  
Tel. (93) 589 15 55. Fax (93) 675 05 16.



**lasing, s.a.**

DIVISION ANALITICA

### SISTEMA DE ELECTROFORESIS CAPILAR

#### Spectra PHORESIS

La electroforesis capilar es una técnica analítica de separación de alta resolución que permite la separación de especies químicas en disolución, principalmente (pero no exclusivamente) dotadas de cargas eléctricas (como péptidos, oligonucleótidos, fragmentos proteicos, aniones, fármacos, metabolitos...) en

base a sus diferentes velocidades de migración al estar sometidas a la acción de un intenso campo eléctrico.

Una de las características intrínsecas de la electroforesis capilar es que es susceptible de una completa automatización a un bajo coste relativo y que presenta una capacidad de resolución muy superior a la relativa a las técnicas de tipo cromatográfico.

La electroforesis capilar, desde el punto de vista operativo, se basa en la introducción de muestras en el tubo capilar, bien mediante un mecanismo de tipo hidrodinámico (mediante el empleo de diferencias de presiones) o, alternativamente, mediante un procedimiento electrocinético. Una vez inyectada la muestra, los extremos del tubo capilar se conectan a sendas disoluciones tampón y se produce la circulación de las moléculas constituyentes de la muestra a través del tubo capilar, bajo la influencia de un campo eléctrico muy intenso (normalmente entre 10-30 kV). La acción de dicho campo provoca la migración diferencial de los distintos analitos, produciéndose la correspondiente separación de las especies de interés.

Las distintas especies se separan en función de su relación carga/masa. Así, en un sistema electroforético dado, con un gradiente positivo de distribución, cuanto mayor sea la carga positiva y el tamaño de las moléculas, más rápida se producirá su correspondiente circulación hacia el cátodo. Para optimizar la detección se han desarrollado sistemas de detección en línea. Dichos detectores, típicamente espectrofotométricos de onda variable o de barrido, miden la absorbancia directa o registran los correspondientes espectros (UV-VIS) de los compuestos de interés. La información obtenida en el detector se transfiere directamente a un integrador o a un sistema computarizado de gestión de los datos analíticos.

De este modo puede obtenerse, por una parte, un registro gráfico de los resultados de la separación electroforética de la muestra y, por otra, una información cualitativa y/o cuantitativa muy precisa acerca de la composición de dicha muestra o la posible presencia de impurezas de los compuestos presentes en la misma.

Los tubos capilares que se emplean en electroforesis capilar pueden presentar o no un recubrimiento interno. Si se emplean tubos de sílice no recubiertos, se provoca la formación de una capa positiva sobre la superficie interna de dichos tubos. El flujo electrosmótico asociado (aproximadamente de 1 mm/s) es suficiente para provocar la circulación de las especies cargadas hacia el extremo cátodo donde se halla la zona de detección en línea.

Cuando se trata de especies de estructura muy similar, con velocidades de migración electroforética en el tubo capilar no recubierto sensiblemente parecidas, puede mejorarse sustancialmente la separación de dichos compuestos mediante el empleo de tubos capilares recubiertos con polímeros poli(acrilamídicos), parcialmente intercruzados para provocar la presencia de poros muy finos. Dichos materiales que actualmente se comercializan con distintos tipos de concentración y/o grado de intercruzamiento, permiten separaciones electroforéticas de gran interés analítico. La separación de polinucleótidos de 25-60 unidades de bases, cuanto mayor es la concentración de fase y el grado de intercruzamiento de la misma (uPAGE-5 > uPAGE-3), mejor se resolverán los compuestos de mayor tamaño.

Las principales ventajas de la electroforesis capilar, en relación a diversas aplicaciones analíticas no convenientemente analizables mediante HPLC, son:

1) **Fácil y rápido desarrollo de métodos analíticos.** Al respecto, normalmente en el primer día de trabajo, con una muestra determinada, se logra desarrollar la metodología satisfactoria, aplicable para el análisis de rutina.

2) **Fácil automatización.** Existen actualmente sistemas completamente automatizados, como el caso de los equipos Spectra Phoresis 500 y Spectra Phoresis 1000 de Spectra Physics, cuyas características esenciales se comentarán a continuación.

3) **Gran reproducibilidad** analítica, tanto cuantitativa como cualitativa.

4) **Tiempos de análisis muy cortos** (desde segundos a 2 horas).

5) **Bajo coste** de inversión y de material fungible.

6) **Máxima resolución** analítica (1.000.000 - 2.000 PT).

### CARACTERISTICAS DE LOS EQUIPOS Spectra PHORESIS 500 y Spectra PHORESIS 1000

Constan de:

1) Inyector automático de muestras de gran capacidad (con 82 posiciones).

2) Control muy estricto de la temperatura del sistema de separación.

3) Capacidad (para el caso de Spectra Phoresis 1000) de efectuar espectros de barrido ultrarrápido.

4) Automatización completa de funcionamiento.

5) Software específico con el Sistema OS-2 y con potentes sistemas de cálculo y tratamiento de la información correspondiente.

6) Máxima sensibilidad de detección.

La miniaturización y el diseño especial de los equipos de electroforesis capilar de altas prestaciones permiten la minimización de efectos operativos indeseables (tales como los fenómenos de convención, vibración, calentamiento y el denominado efecto corona) que podrían afectar sensible y negativamente los resultados analíticos.

A continuación se describirán cada uno de los componentes de los sistemas: Spectra Phoresis 500 y 1.000.

### Autosampler

Con 82 posiciones y diseñado para que se reduzcan al mínimo los fenómenos de microsifonación, mediante el sistema de fijación del cartucho que aloja el tubo capilar y provocando un flujo forzado de la muestra y el tampón hacia el tubo capilar.

La introducción de muestras puede, optativamente, realizarse de dos modos:

Inyección hidrodinámica, mediante una válvula de alto vacío (0.75 psi) actuada con un tiempo de inyección regulable de 0.1 a 9.9 s., capaz de introducir pocos  $\mu$ l de muestra.

Inyección electrocinética con voltajes de 0.1 a 30 kV.

### Detectores

Se dispone de dos tipos de detectores: UV-VIS longitud de onda variable (Spectra Phoresis 500) y UV-VIS de barrido ultrarrápido (Spectra Phoresis 1000),

mediante el detector exclusivo Spectra Focus, basado en la tecnología LIS. La detección se efectúa en línea, mediante fibras ópticas.

### Control de temperatura

La viscosidad de las disoluciones es una magnitud muy dependiente de la temperatura (así en el intervalo entre 15-30 °C, un cambio de 1 °C puede provocar una variación del 2% en la viscosidad) y además efectos considerables en el flujo electrosmótico y la movilidad electroforética, lo cual se traducirá en variaciones muy grandes en los tiempos de migración. En los equipos de Spectra Phoresis 500 y 1000 se verifica una regulación muy precisa de la temperatura de trabajo.

### Hardware

Basado en el Sistema OS-2, está especialmente concebido para el tratamiento de los datos relativos a las separaciones obtenidas en electroforesis capilar. Permite diversos procedimientos de cálculo y el control operativo automático completo del proceso analítico.

### Aplicaciones

En las figuras 1 y 2, se presentan diversas aplicaciones de interés, correspondientes a separaciones electroforéticas de especies muy diversas.

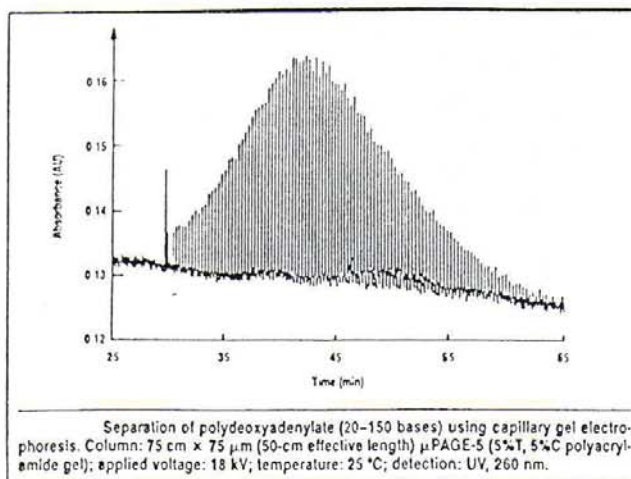


Fig. 1

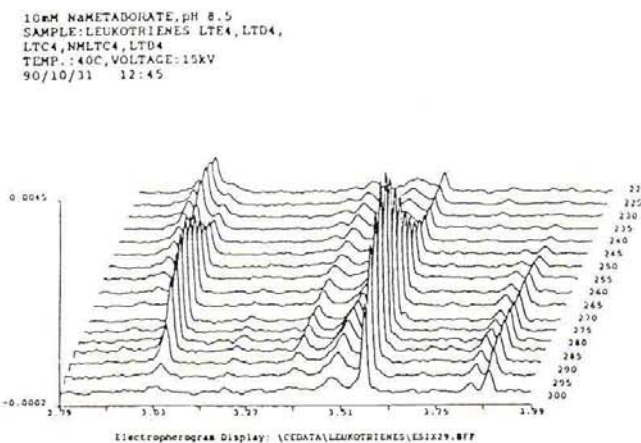


Fig. 2

# MERCK

## LICROGRAPH: Un programa completo para inyección automática

El AS-4000 es un nuevo inyector automático para HPLC que ofrece al analista unas prestaciones superiores a las de un inyector convencional. La automatización de etapas tediosas en la preparación de muestras tales como: realización de diluciones seriadas, adición de reactivos y patrones, homogeneización de componentes, extracciones y elaboración de métodos complejos de derivatización son algunos ejemplos de su enorme campo de aplicación.

Resulta de especial interés la presencia de la función "Learn", única en su género en equipos de HPLC, que le permite al cromatografista un control *manual* muy sencillo de los movimientos del instrumento, en tareas como el pipeteado de líquidos, con memorización automática de las coordenadas establecidas experimentalmente.

Hasta un máximo de 30 métodos de trabajo preparados de este modo pueden seleccionarse libremente, estando en todo momento protegidos contra cualquier fallo de alimentación eléctrica. Un margen de inyección entre 1  $\mu$ L-5mL permite su empleo en aplicaciones que van desde la HPLC analítica hasta la semipreparativa, lo cual hace del AS-4000 un instrumento de gran flexibilidad.

Hasta 198 viales pueden programarse, siendo posible la utilización simultánea de gradillas con viales de capacidades diferentes, lo cual hace posible su empleo en la elaboración de métodos de derivatización, tales como el análisis de aminoácidos con los procedimientos del OPA y FMOC.

En definitiva, un instrumento compacto, flexible, de gran capacidad de trabajo, que a estas características añade un control extraordinariamente simple y sencillo que permite su utilización como unidad individual o en conexión con un ordenador personal.

El AS-2000, es el inyector automático ideal para todo laboratorio de control de calidad. En su diseño se combinan a la perfección características esenciales para el cromatografista: Una configuración muy compacta y una mecánica de gran fiabilidad que permiten su operación ininterrumpida en un espacio no superior al ocupado por cualquier bomba.

Un control de la inyección tan simple y lógico que permiten su utilización inmediata sin entrenamiento previo. Una gradilla con capacidad de hasta 150 muestras que asegura una gran capacidad de trabajo. Un margen de inyección entre 1-400  $\mu$ L para su empleo en la mayor parte de aplicaciones. Un nuevo método de inyección *por corte* para asegurar una reproducibilidad máxima, así como la posibilidad de procesar tantas muestras de emergencia como se desee, lo hacen la elección ideal para laboratorios de rutina con gran volumen de trabajo.

Si desea obtener una información más completa de estos productos o una demostración de los mismos, contacte con cualquiera de nuestras delegaciones o llame al teléfono 93-570 57 50, ext. 355, de la División de Reactivos de Igoda, S.A., Apdo. 47, 08100 Mollet del Vallés.

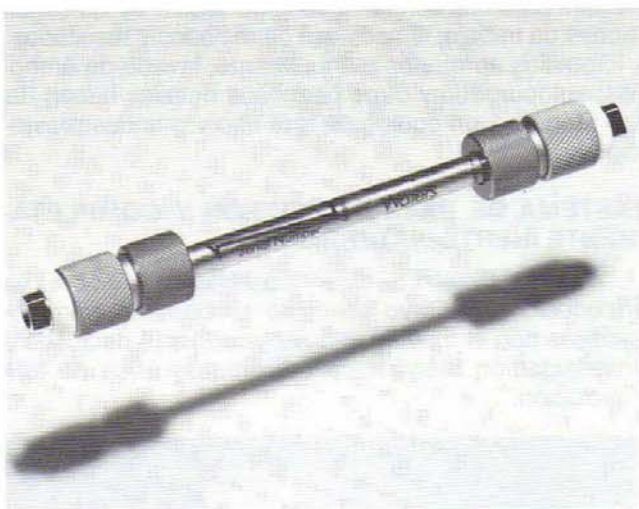
# Waters

Division of MILLIPORE

## EL NUEVO CARTUCHO DE ACERO CON RELLENO NOVA-PAK C18

El nuevo cartucho de acero de Waters, División de Cromatografía de Millipore, basado simplemente en un juego de terminales ajustables manualmente y reutilizables con un cartucho de acero desechable, está actualmente a su disposición para ofrecerles un compromiso de calidad a su justo precio.

El cartucho diseñado para trabajar a presiones de 6.000 psi (comprobados a 12.000 psi) está inicialmente relleno con la popular fase de alta resolución Nova-Pak C18 y dimensiones de 3.9 x 150 mm. Nova-Pak C18 es un relleno de sílice de 4  $\mu$  esférico de gran resistencia, ideal para alta resolución, rapidez de separación y excelente tiempo de vida para la columna.



La baja actividad de la Nova-Pak hace estas columnas ideales para el análisis de compuestos básicos y de gran utilidad para el desarrollo de métodos y análisis de rutina teniendo en cuenta el coste efectivo del cartucho.

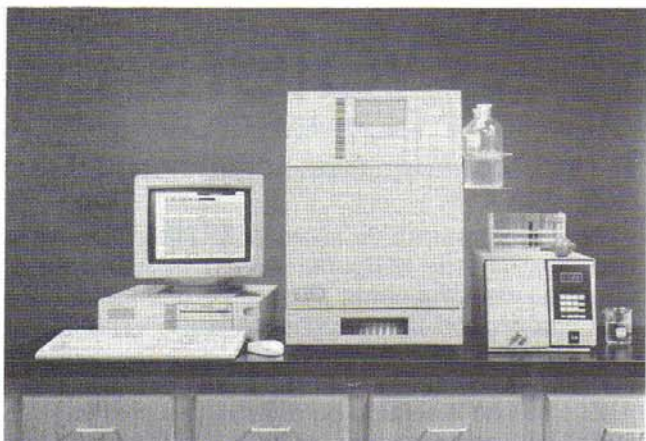
## NUEVO SISTEMA DE CROMATOGRAFIA LIQUIDA WATERS LC MODULO 1

Waters, División de Cromatografía de Millipore, introduce su nuevo sistema de HPLC compacto y de fácil manejo LC Módulo 1 pensado para aumentar la productividad en el laboratorio analítico.

El detector programable de UV/VIS permite la selección de cualquier longitud de onda entre 190 y 600 nm. con una excepcional sensibilidad combinada con la posibilidad de cambio de longitudes de onda durante el análisis.

La unidad de bombeo, preparada para la mezcla de hasta 4 eluyentes, nos da una precisa y reproducible formación de fases móviles isocráticas o con gradientes.

Autoinyector de muestras, nuevo diseño con accionamiento completamente eléctrico de gran fiabilidad. Hasta 96 muestras pueden ser procesadas en análisis de rutina.



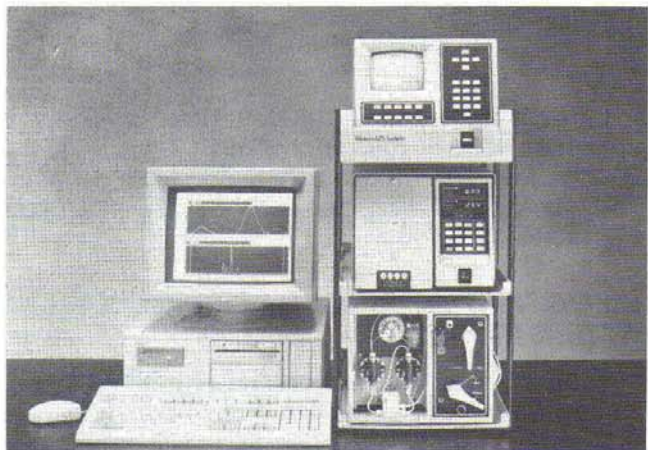
El control de parámetros en el LC Módulo 1 es de fácil acceso, un simple cursor a través del menú en una pantalla LCD y la posibilidad de almacenar hasta 15 métodos de trabajo.

El LC Módulo 1 es compatible con toda la gama de estaciones de tratamiento de datos e integradores de Waters para una completa documentación de las condiciones de trabajo, almacenaje de métodos y resultados.

Tornillos apretados manualmente, lavado de émbolos, autopurgado y otros pequeños detalles hacen del LC Módulo 1 un equipo de fácil uso y grandes prestaciones.

#### **SISTEMA DE BAJA DISPERSION Y COMPLETAMENTE INERTE WATERS 625**

Waters, División de Cromatografía de Millipore, ha introducido un nuevo concepto en bombas cromatográficas con el modelo 625 especialmente dedicado a investigación bioquímica y cromatográfica de alta resolución.



El Waters 625 incorpora un avanzado diseño de bomba con materiales poliméricos no metálicos, baja dispersión, control Silk para la total eliminación de pulsos adecuado para separaciones en microbore, analítica o micropreparativa. El sistema está optimizado para cualquier tipo de separación en intercambio iónico, afinidad, interacción hidrofóbica, filtración de geles y fase reversa pudiéndose acoplar a detectores de UV/Vis variables o de array de diodos. Permite un flujo de 0.01 a 5 ml/min y 4.000 psi de límite de presión.

Las características del sistema se ven cumplimentadas por el lavado de émbolos, Auto-Blend para automatizar el desarrollo de métodos y las mezclas

de eluyentes, tubos de conexión e inyector no metálicos con tornillos apretados manualmente. También incorpora control Powerline, desde un sólo teclado, de los gradientes, inyección, detección y señales externas con o sin sistema de tratamiento de datos.

**varian** <sup>VA</sup> *chemicontrol*

#### **NUEVO SISTEMA CROMATOGRAFICO CON DOBLE INYECTOR AUTOMATICO**

Varian ha introducido la posibilidad de instalar simultáneamente dos inyectores automáticos en el cromatógrafo de gases 3600, de especial interés para todos aquellos laboratorios cuyas necesidades analíticas exijan una gran flexibilidad y alta productividad en el procesamiento de muestras.



El cromatógrafo 3600 puede operar con dos inyectores automáticos 8100 de forma simultánea o secuencial, duplicando el número de muestras en el mismo período de tiempo con operación totalmente desatendida. Ambos inyectores automáticos se controlan desde el teclado del propio cromatógrafo, con comunicación bidireccional y sin necesidad de ninguna interfase o elemento de control externo.

El horno de columnas del 3600 es actualmente el más grande disponible en el mercado, con posibilidad de instalar cómodamente, cara a cara, hasta 4 columnas simultáneamente, con sus correspondientes sistemas de inyección y detección.

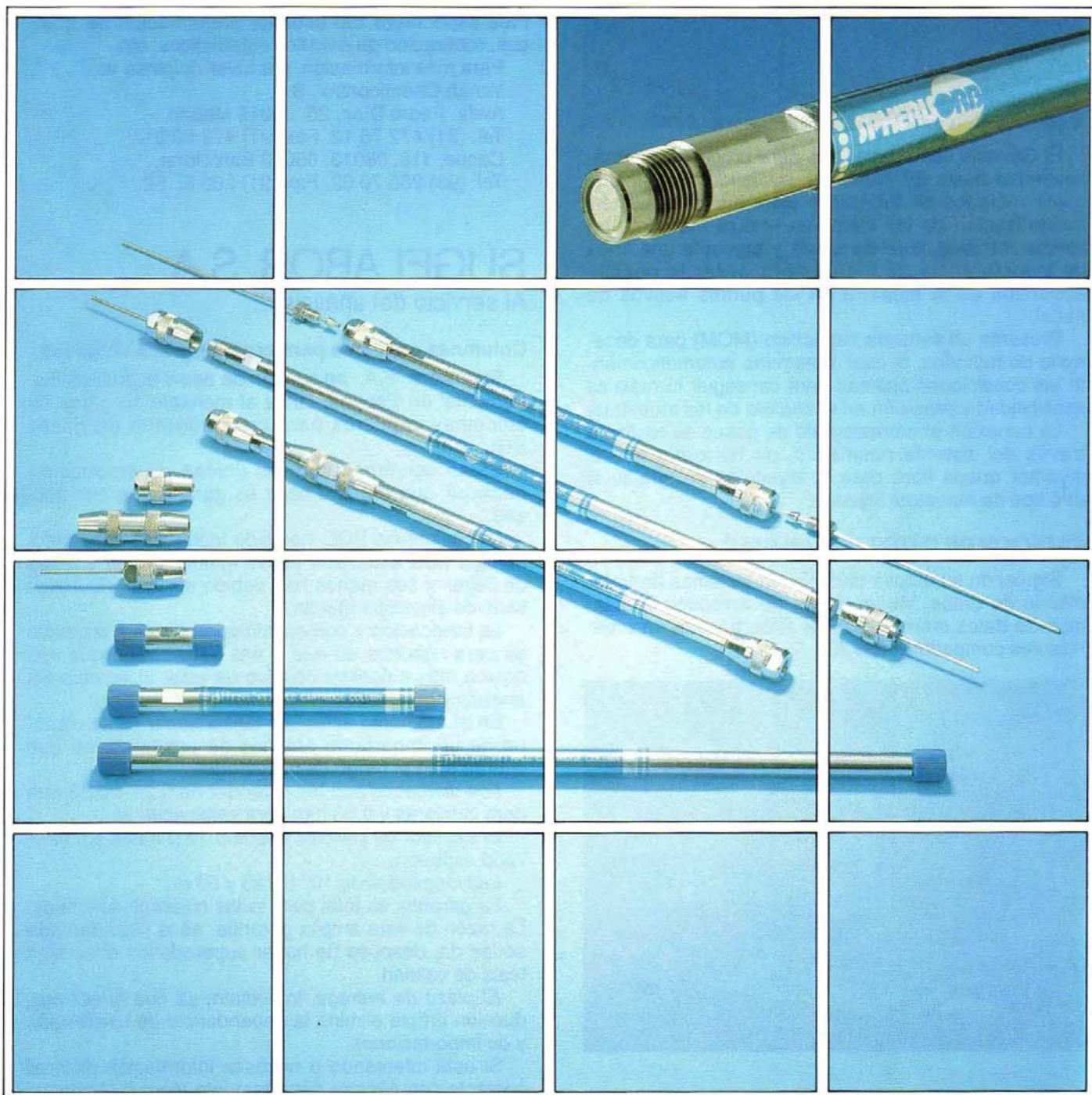
El inyector automático 8100 realiza la inyección de muestras mediante la técnica "sandwich", permitiendo una alta reproducibilidad (< 1.0% RSD) y prácticamente nula contaminación entre inyecciones sucesivas (< 0.01%), con volúmenes de muestra bajísimos (hasta tres inyecciones de 1 µl con volúmenes de muestra de 10 µl).

#### **INYECTOR AUTOMATICO DE ESPACIO EN CABEZA VARIAN GENESIS**

El Varian Génesis es un nuevo inyector automático de espacio en cabeza estático ("static headspace"), que ofrece una gran versatilidad para el análisis de compuestos volátiles en los campos farmacéutico, industrial y de alimentación principalmente. Puede trabajar con columnas empaquetadas o capilares, así como con sistemas GC/MS.

# Spherisorb® Cartridge

## Un Nuevo Concepto



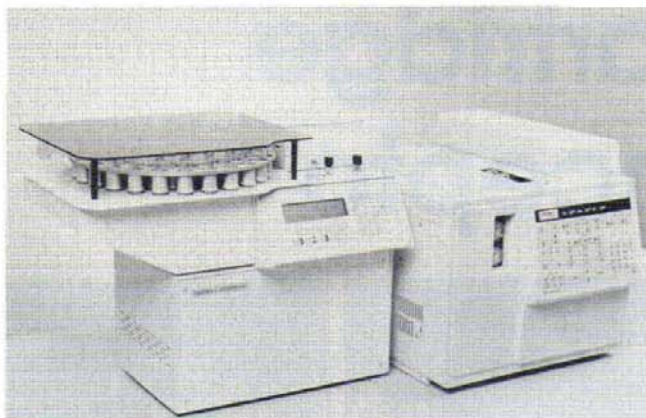
# KROMXPEK

ESPECIALISTAS EN CROMATOGRAFIA Y ESPECTROSCOPIA - CONSUMIBLES Y ACCESORIOS PARA ANALISIS Y CONTROL

KROMXPEK ANALITICA, S.A.  
Ctra. Cerdanyola, 65-67  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES  
Telf.: (93) 589 15 55  
Fax: (93) 675 05 16  
Apartado Correos 282

NUEVA OFICINA EN MADRID

**PROXIMA APERTURA**



El Génesis tiene capacidad para procesar automáticamente hasta 50 muestras, pudiendo asignar distintos métodos de análisis a cada muestra. La termostatación de los viales se realiza mediante un bloque metálico, libre de aceite y presenta una línea de transferencia de níquel para evitar la posible adsorción de la muestra en los puntos activos de metal.

Presenta un software específico (MOM) para desarrollo de métodos, el cual, determina automáticamente las condiciones óptimas para conseguir la máxima sensibilidad y precisión en el análisis de las muestras.

La conexión al cromatógrafo de gases se realiza a través del sistema neumático, de tal forma que el inyector queda libre para la inyección de cualquier otro tipo de muestras líquidas.

#### ESTACION DE DATOS VARIAN STAR

Siguiendo su amplia tradición en sistemas de tratamiento de datos, Varian acaba de introducir la estación de datos cromatográficos Star, basada en ordenadores compatibles tipo AT.



El software Star trabaja en el entorno Microsoft Windows 3.0, pudiendo visualizar y manipular los cromatogramas a través de gráficos interactivos a la vez que se procesan los datos en tiempo real.

Puede procesar hasta 4 señales cromatográficas simultáneamente provenientes de equipos de GC y/o HPLC indistintamente. Puede, además, controlar a través de comunicación bidireccional, los cromatógrafos de gases Varian serie 3000 y el sistema de HPLC Varian Star.

La estación de datos Star permite la validación de los resultados analíticos según criterios GLP, pudiéndose almacenar en el mismo archivo los datos "crudos", cálculos, condiciones de análisis, errores, parámetros de integración, etc., generando informes totalmente documentados.

Asimismo, los datos cromatográficos se pueden transferir directamente a otro software (p.e. Microsoft Excel, Lotus 1-2-3, etc.) para la generación de informes específicos del usuario, presentación de gráficos, realización de cálculos estadísticos, etc.

Para más información, por favor diríjense a:  
 Varian Chemicontrol, S.L.  
 Avda. Pedro Díez, 25. 28019 Madrid.  
 Tel. (91) 472 76 12. Fax (91) 472 50 01.  
 Caspe, 118. 08013. 08013 Barcelona.  
 Tel. (93) 265 70 02. Fax (91) 265 85 62.

## SUGELABOR, S.A.

Al servicio del análisis

#### Columnas capilares para cromatografía de gases

Sugelabor, S.A., en su afán de servir al análisis instrumental en España, lanza al mercado su gama de columnas capilares para cromatografía de gases SGL.

Estas columnas son *las únicas de producción nacional*, que en este caso es garantía de alta calidad.

Las columnas SGL, han sido fabricadas con la tecnología más avanzada (fases inmobilizadas) y antes de llegar a sus manos han debido superar, rigurosos tests de eficacia e inercia.

La fabricación y comercialización de este producto es para nosotros un reto y una satisfacción que nos acerca más a nuestro objetivo de estar al servicio del análisis y de ustedes.

En el momento actual de lanzamiento ya se dispone de un importante abanico de posibilidades que cubren todo el rango de polaridades.

Los *diámetros* son los estándar de 0.25 y 0.33 mm para capilares y 0.53 mm para semicapilares.

El *espesor de película* desde 0.10  $\mu$  hasta 5  $\mu$  (elevado espesor).

Las *longitudes* de 10, 15, 25 y 50 m.

La *garantía* es total para todas nuestras columnas. La razón de esta amplia garantía, es la fiabilidad que se las da, después de haber superado los diferentes tests de calidad.

El *plazo de entrega*, inmediato, ya que al ser producción propia elimina la dependencia de existencias y de importaciones.

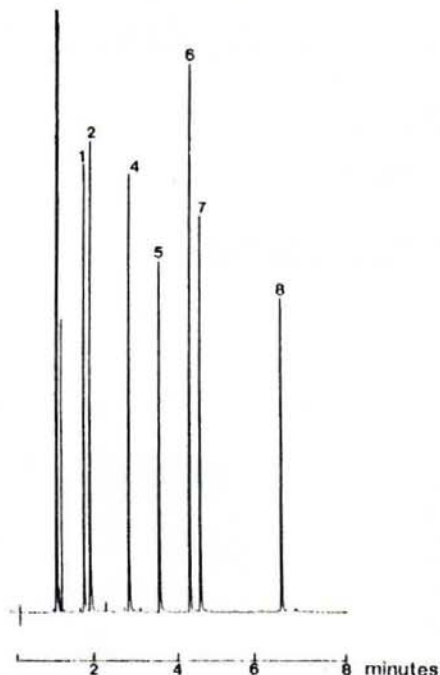
Si está interesado o necesita información adicional contacte con nuestro departamento técnico. Además, pueden solicitarse columnas con características distintas a las estándar.

#### APLICACIONES

Es nuestro deseo formar un *club de usuarios* de columnas SGL, donde se puedan intercambiar separaciones, experiencias e impresiones. Vaya por delante nuestro compromiso de editarlos en un boletín que será objeto de la mayor y más cuidada difusión.



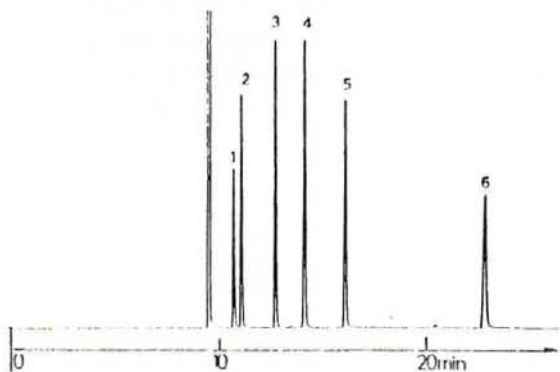
He aquí un pequeño adelanto.



**Aplicación 1: Aminas primarias.**

Columna SGL-73, 25 m x 0.33 mm / 1,0 µm.  
T = 65 °C 8 °C/min 135 °C Detector FID.

- |                    |                  |
|--------------------|------------------|
| 1. Tert-Butilamina | 5. iso-Amilamina |
| 2. sec-Butilamina  | 6. n-Amilamina   |
| 3. iso-Butilamina  | 7. n-Hexilamina  |
| 4. n-Butilamina    |                  |



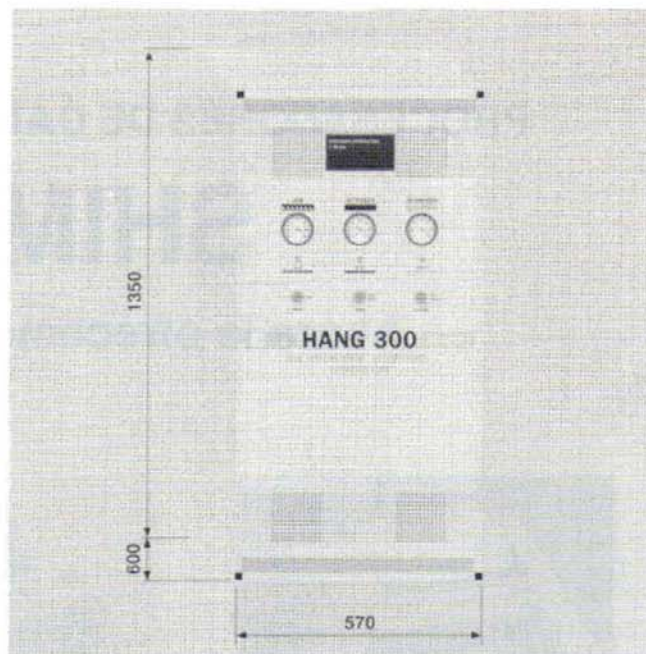
**Aplicación 2: Alcoholes**

Columna SGL-20, 50 m x 0.25 mm / 0,25 µm  
T = 80 °C Detector FID

- |               |               |
|---------------|---------------|
| 1. Metanol    | 4. 2-Butanol  |
| 2. Etanol     | 5. n-Butanol  |
| 3. n-Propanol | 6. n-Pentanol |

**GENERADOR DE HIDROGENO, AIRE, NITROGENO Series HANG**

- Produce hidrógeno, aire y nitrógeno según consumo.
- Alternativa ideal a los cilindros de gas comprimido en los laboratorios.
- Instalación en minutos sin necesidad de obra.
- Ahorra espacio en el laboratorio.
- Sistema completamente automatizado.
- Gases de alta pureza -99,999%.

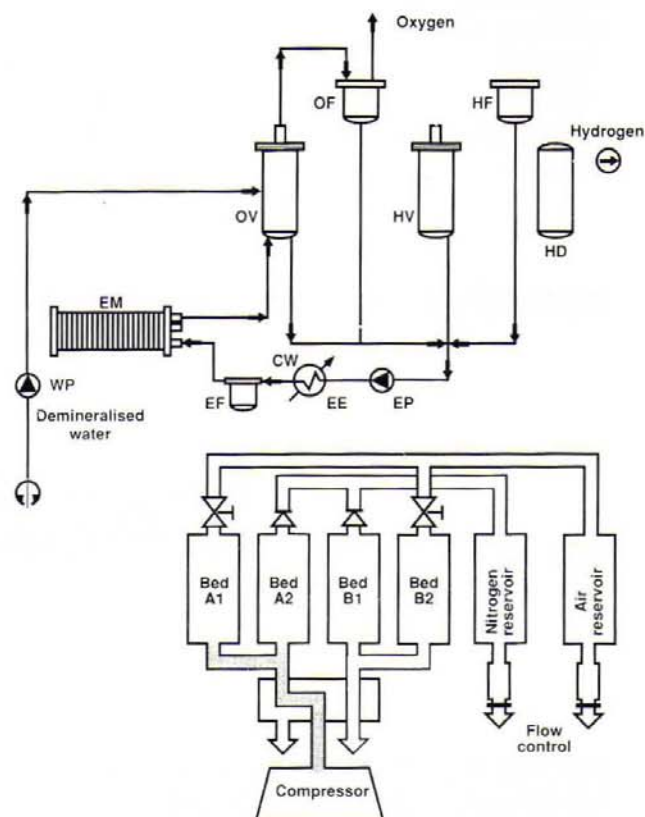


La serie HANG de generadores de Claind-Nitrox, suministra gas de un modo centralizado sin necesidad de los cilindros de alta presión.

El sistema combinado de generador de gas se suministra en equipo compacto para la producción de:

- aire + nitrógeno
- aire + hidrógeno
- hidrógeno + nitrógeno
- hidrógeno + aire + nitrógeno

**MODO DE FUNCIONAMIENTO**



El hidrógeno se produce por la electrolisis de agua desmineralizada en una célula Alyzer (patentada).

## PROCESADORES DE DATOS PARA CROMATOGRAFIA

# SHIMADZU

Ahora le ofrecemos una amplia gama:



### C-R6A

**Procesador de datos fiable y económico.**

Almacenamiento de cromatogramas y reprocesamiento.  
Programación en BASIC.  
Interface standard para cassette.  
Interface externa para cromatógrafo o computador externo.



### C-R5A

**Procesador de Datos con capacidad para 2 canales.**

Almacenamiento de cromatogramas y reprocesamiento.  
Tarjeta IC (RAM) para archivo de datos, programas o parámetros. Puede procesar con precisión picos tan pequeños como 0,04 seg. (anchura a media altura).



### C-R4A

**Procesador de Datos de altas prestaciones.**

Con pantalla, discos floppy y capacidad de doble canal simultáneo en tiempo real.  
Programación vía menú a través de la pantalla.  
Gran potencia cuantitativa.

**COMPATIBLES CON CUALQUIER CROMATOGRAFO DE GASES O DE LIQUIDOS**



**IZASA, S.A.**

C/. Aragoneses, 13  
Pol. Ind. Alcobendas  
28100 MADRID

C/. Calabria, 174  
08015 BARCELONA

**DELEGACION CATALUÑA:** 425 01 00. **BILBAO:** 476 13 50. **GIJON:** 35 67 46.  
**GRANADA:** 28 07 50. **LAS PALMAS:** 28 21 48. **MADRID:** 661 50 86.  
**MALAGA:** 39 28 87. **MURCIA:** 29 87 11. **PALMA DE MALLORCA:** 28 91 71.  
**SANTANDER:** 25 30 16. **SANTIAGO DE COMPOSTELA:** 58 28 00.  
**SALAMANCA:** 24 09 70. **SEVILLA:** 436 41 66. **TENERIFE:** 61 60 51.  
**VALENCIA:** 347 66 25. **VALLADOLID:** 23 59 27. **ZARAGOZA:** 56 04 46.

El hidrógeno se hace burbujear dentro de un separador, habiéndose filtrado antes y fluyendo hacia la salida.

El nitrógeno y el aire puro se obtienen por la separación del aire comprimido (a partir de una bomba integral) en tubos de zeolita y tamices de carbono en un proceso de absorción oscilante a presión (PSA).

Un tubo de zeolita filtra la humedad y los hidrocarburos a partir de la corriente de aire obteniéndose aire puro que pasa al usuario. El tubo de carbono filtra oxígeno, humedad e hidrocarburos de la corriente de aire obteniéndose nitrógeno puro que pasa al usuario.

El proceso PSA es completamente automático y seguro.

## DATOS TECNICOS

### Pureza de los gases

	Agua	Oxígeno	Hidroc.	CO2	Argón
Hidrógeno	2 ppm	1 ppm	—	—	—
Aire	2 ppm	—	5 ppm	2 ppm	—
Nitrógeno	2 ppm	10 ppm	2 ppm	2 ppm	1%

## MANEJO

Conecte el enchufe a la red y llene el reservorio de agua desmineralizada.

Después de esto, el generador funciona completamente automatizado, sólo necesita el llenado ocasional con agua desmineralizada y el recambio del tubo desecante de silicagel una vez saturado.

SUGELABOR, S.A.

Sicilia, 36 - Tel. 501 39 36. Fax 501 39 38.  
28038 Madrid

# TEKNOKROMA®

## ELECTROFORESIS CAPILAR

La electroforesis capilar (HPCE) ha venido evidenciándose desde su aparición, como una técnica extremadamente útil dada su elevada eficacia y sensibilidad y su campo de aplicación se ha extendido progresivamente hasta cubrir especies iónicas y no iónicas dentro de un rango de pesos moleculares que abarca desde los pequeños cationes o aniones hasta proteínas extremadamente grandes.

Atendiendo a este interés que presenta la técnica. Supelco ha desarrollado la gama CElect de columnas capilares para HPCE que cubre además de la columna estándar de sílice sin tratar, una gama de cuatro funcionalizaciones distintas.

Estas columnas funcionalizadas mejoran extraordinariamente la separación de compuestos tales como las proteínas, eliminando totalmente el problema de la interacción de las mismas con los silanoles activos de la sílice.

Un aspecto importante de la serie SElect de columnas capilares, es que, al contrario de lo que sucede

con determinados tipos de columnas funcionalizadas para HPCE, no queda totalmente eliminado el flujo electroosmótico (EOF), con lo que es perfectamente posible efectuar separaciones de proteínas con pH's cercanos a la neutralidad.

La reducción del valor de EOF respecto a la sílice sin tratar es del 0% en el caso de la fase hidrofílica y del 30-40% en las fases más hidrofóbicas.

Las columnas CElect con dos diámetros internos distintos, se entregan totalmente garantizadas y son completamente compatibles con todos los instrumentos del mercado (ABI, Beckman, Dionex, Isco, Waters, etc.).

## Columnas Celect

\*Silica sin tratar:

CElect-FS50

CElect-FS75

\*Fase hidrofílica neutra:

CElect-P150

CElect-P175

\*Fase hidrofobicidad media, C1:

CElect-H50

CElect-H75

\*Fase hidrofobicidad moderada, C8:

CElect-H150

CElect-H175

\*Fase Hidrofobicidad elevada, C18:

CElect-H250

CElect-H275

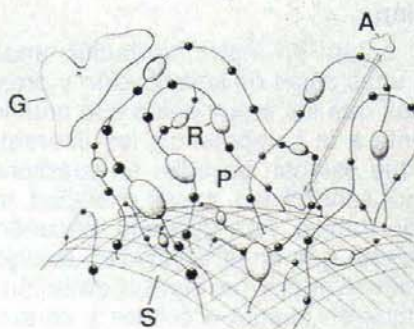
## ANALISIS DE MUESTRAS BIOLÓGICAS

El necesario pretratamiento de las muestras biológicas (plasma, suero, orina, etc.), antes de su inyección en el cromatógrafo, suele ser un paso laborioso y que se traduce normalmente en una pérdida de calidad de los resultados.

La nueva columna HISEP desarrollada por Supelco viene a solucionar estos problemas permitiendo la inyección directa de muestras biológicas.

Esta columna está constituida por una red hidrofílica de óxido de polietileno (P) ligada químicamente a la superficie de la sílice, la cual excluye totalmente el material proteico inyectado con la muestra, mientras que las pequeñas moléculas de analito, penetran fácilmente a través de dicha red pudiendo acceder a los grupos fenilo (R) que constituyen propiamente la fase cromatográfica.

### Shielded Hydrophobic Phase



1989 SUPELCO

El resultado es que, únicamente mediante una simple centrifugación para eliminar posibles materiales en suspensión, es posible en la mayoría de los casos analizar complejas muestras biológicas, obteniéndose excelentes valores de reproducibilidad y de recuperación de los analitos y sin que esto repercuta en la vida útil de la columna.

## COLUMNAS ESPECIALES PARA COMPUESTOS BÁSICOS, ÁCIDOS Y ZWITERIÓNICOS

El análisis de compuestos básicos y ácidos por fase reversa suele presentar numerosos problemas, debidos a la interacción de los mismos con los silanos residuales de la sílice.

La nueva columna Supercosil ABZ, basada en la adición de grupos nucleofílicos cerca de la superficie de la sílice, viene a solucionar estos problemas ya que es posible cromatografiar este tipo de compuestos sin tener que recurrir a la adición de modificadores, utilización de reactivos de par iónico, etc., obteniéndose en todos los casos picos simétricos incluso en el caso de cromatografiar compuestos del tipo amonio cuaternario.

Una ventaja adicional de esta nueva columna es que, al no ser necesario el empleo de reactivos de par iónico, los tiempos de estabilización de la columna son significativamente inferiores, a la vez que se alarga considerablemente la vida útil de la columna.

Ctra. de Cerdanyola, 71, 2<sup>º</sup>  
Apdo. de Correos 147.  
Tels. (93) 674 88 00-48 96.  
Télex 94525 TEKO E - Fax 675 24 05.  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES (Barcelona).  
Costa Rica, 9, 1<sup>º</sup> - A - 11.  
Tel. (91) 458 23 45 - Fax (91) 458 23 45  
28016 MADRID  
Baleares, 5  
Tel. (954) 61 01 92  
41012 SEVILLA

## PERKIN-ELMER

### TENDENCIAS ACTUALES EN EL DISEÑO DE SISTEMAS DE TRATAMIENTO DE DATOS ANALÍTICOS.- Dr. Octavi Colomina

#### Introducción

El nivel actual en instrumentación analítica ha alcanzado unas cotas de sofisticación y prestaciones tan elevadas que los argumentos que antaño podían exhibir frente a la competencia los diferentes fabricantes, y que estaban basados en cuestiones técnicas: superior sensibilidad, mayor exactitud, más posibilidades de trabajo, han quedado claramente fuera de lugar puesto que en la actualidad, cualquier compañía suministradora de instrumentación cumple unos mínimos en cuanto a solidez y características técnicas que, en la mayoría de los casos, están por encima de las necesidades reales del usuario.

Puesto que las razones meramente técnicas van perdiendo peso en el momento de tomar la decisión por una u otra marca y suponiendo niveles de coste similares, ¿cuál es la tendencia que siguen las compañías punteras en este campo para ofrecer algo más de lo que el usuario final está acostumbrado a oír?

La respuesta a esta pregunta debemos encontrarla en la evolución experimentada en estos últimos años por los laboratorios analíticos; la diferencia entre lo que se le exigía antaño a un jefe de laboratorio y lo que se le pide actualmente. Si hace unos años el deber del analista era el de poner a punto una técnica, analizar unas muestras y dar unos resultados más o menos repetitivos, hoy en día ya se supone que el trabajo a realizar es éste, pero hay además un trabajo adicional tan importante como el primero: conseguir la credibilidad externa sobre los resultados que el laboratorio emite.

Por credibilidad externa debemos entender tanto otros estamentos de la organización a la que pertenece el laboratorio: departamentos comercial, producción, etc., que exigen un nivel de calidad determinado, como organismos externos como la FDA o la EPA en Estados Unidos o los Ministerios de Sanidad o Industria en España o incluso auditores independientes que pueden exigir en cualquier momento pruebas fehacientes de que los trabajos de aquel laboratorio se realizan siguiendo las pautas exigidas por las buenas prácticas de laboratorio o buenas prácticas de fabricación (GLP/GMP).

No tanto como por las reglamentaciones y exigencias legislativas diversas que afectan a diferentes áreas industriales como por la utilización de la **calidad** como argumento frente a la competencia que afecta a todo tipo de industria, términos como GLP, garantía de calidad total, *quality assurance*, normas ISO 9000 o validación están en boca de todos los responsables de calidad de todas las industrias.

En el campo de la instrumentación analítica, sobre cuya evolución hemos esbozado algunas ideas, los instrumentos actuales son capaces de generar un volumen tal de información, que el trabajo del responsable del laboratorio se ha convertido en muchos casos casi exclusivamente en tratar de dar sentido a esta cantidad ingente de datos y generar las correspondientes estadísticas para asegurar la calidad de la información. Pierde por lo tanto capacidad de actuación en aquellos tipos de trabajo que no son rutinarios y que deberían merecer una máxima atención por su parte, como son la puesta a punto de métodos y sistemas analíticos fiables o la interpretación global de una serie de resultados; en pocas palabras, pierde calidad en su trabajo.

Es hacia este punto hacia donde deben dirigirse los esfuerzos de los fabricantes de instrumentación y sistemas de tratamientos de datos; a suministrar las herramientas necesarias para ayudar al analista en los trabajos rutinarios de validación objetivo de sus métodos analíticos y resultados.

#### Validación

A este terreno, la validación de sistemas analíticos, se dirigen hoy en día los pasos de compañías como Perkin Elmer, no únicamente en determinados productos que incorporen estas herramientas de valida-

ción, sino como compañía global dedicada al servicio de la química analítica. Es la actual razón de ser de Perkin Elmer, la de cumplir en todas sus líneas instrumentales y de servicios con las exigencias que puedan surgir de una estricta aplicación de las normativas ISO 9000 con el objeto de implantar en un laboratorio la garantía de calidad total.

Esta nueva preocupación en el diseño instrumental, queda reflejada en los sistemas analíticos recientemente aparecidos en el campo de la cromatografía tanto líquida como de gases: el sistema Integral 4000 de cromatografía líquida con su capacidad de mantener un registro de todas las revisiones de mantenimiento o cambios que se han producido en toda la historia del equipo, o bien la facilidad de obtener el ensayo de conformidad del sistema (System Suitability Test) con parámetros cromatográficos tales como el número de platos teóricos, la simetría de los picos, resolución..., todos ellos con su desviación estándar obtenida mediante réplicas de la misma muestra.

También en un campo tan clásico como la espectroscopia infrarroja, cuya utilización como instrumento de control de calidad es quizás anterior al uso que recibe en otras áreas como la investigación o el análisis no rutinario, Perkin Elmer sigue la tendencia de incorporar herramientas de validación. Hasta ahora por moderno que fuera el espectrofotómetro (los actuales instrumentos de transformada de Fourier han sustituido a los clásicos dispersivos) el resultado final poco variaba del clásico *coincide con el estándar* o similar. Actualmente, y bajo esta nueva óptica es posible que el espectro obtenido sea comparado frente a una librería de espectros y la respuesta del instrumento venga acompañada de todo un historial o posibilidades en las que se tiene en cuenta cada una de las condiciones bajo las cuales se registró el espectro. Todo ello registrado en un certificado numerado; en otras palabras se aplican criterios de validación a los espectros IR obtenidos.

### **Sistemas de adquisición y tratamiento de datos cromatográficos**

Es este otro de los campos dentro de la instrumentación que ha evolucionado más rápidamente, paralelamente con los ordenadores, de modo que hoy en día es posible incorporar a un simple cromatógrafo de gases unos sistemas de tratamiento de datos y cálculo de resultados que, hace 15 años, eran inimaginables para muchos centros de cálculo de universidades o empresas sin costosísimas inversiones.

Por ello el criterio que debe seguirse en este área y por supuesto el adoptado por Perkin Elmer, no es el de presentar mejores algoritmos de integración cromatográfica o mayores prestaciones gráficas, puesto que hoy en día la mayoría de software cromatográfico disponible en el mercado cumple con estas exigencias, sino de introducir herramientas de trabajo que faciliten la validación total del sistema analítico.

Con este objetivo ha sido diseñado el sistema Turbochrom 3 de Pe Nelson. A sus probadas prestaciones técnicas avaladas por miles de sistemas instalados en todo el mundo, añade la posibilidad de control y adquisición de datos de múltiples instrumentos y de diferentes fabricantes, todo ello desde un mismo PC.

Por una parte, el sistema tiene por objeto relacionar y centralizar toda la información recogida y tratada del laboratorio con respecto a la cromatografía, independientemente de que se trate de líquida o gaseosa, instrumentos modernos o antiguos, de marca Perkin Elmer o de otras marcas... Desde un único punto de control es posible seguir a tiempo real los cromatogramas producidos mientras al mismo tiempo se controlan las condiciones de trabajo del cromatógrafo o se reprocesan cromatogramas. Todo ello repercute en una mayor calidad e integridad de los datos obtenidos.

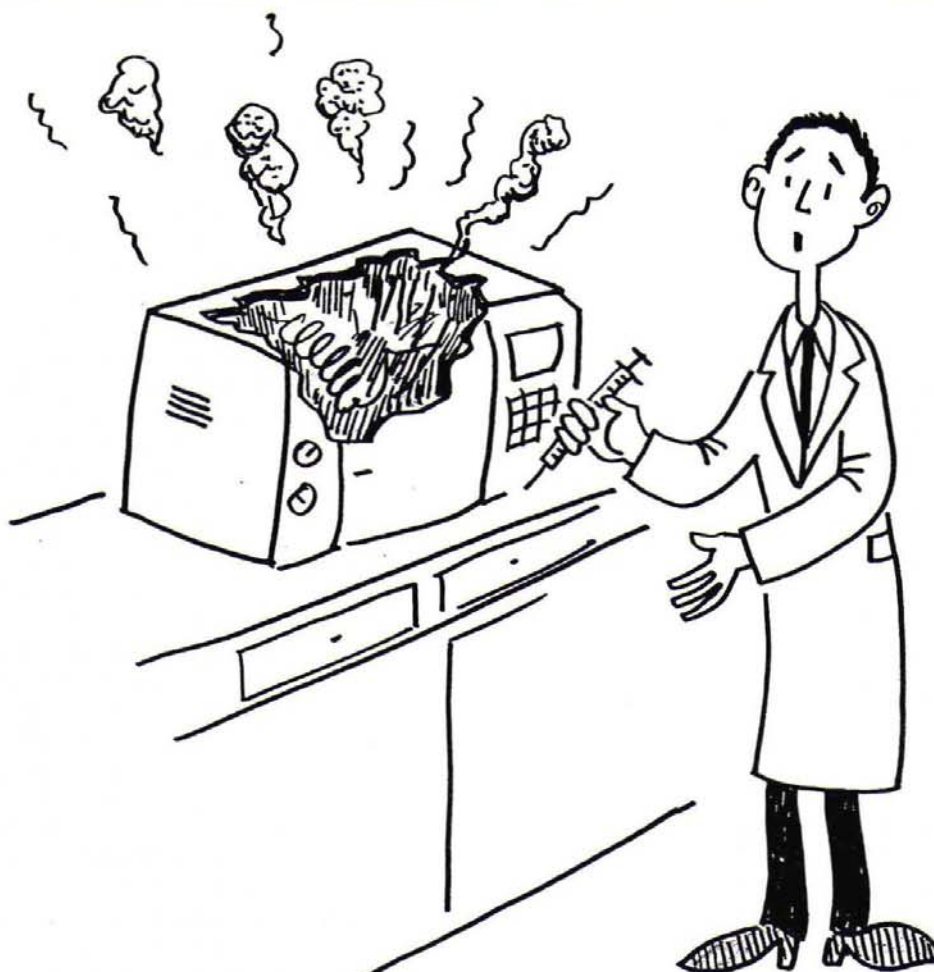
No obstante quizás el punto más importante, de acuerdo con el título de este trabajo, afecta a las herramientas de validación que ofrece un sistema que funciona sobre un simple PC, herramientas que hasta el momento sólo estaban disponibles en sistemas de miniordenadores y que requieren una elevada inversión para su implantación.

La primera de estas herramientas lo constituye un modelo de validación de interfases. Para poder validar un sistema cromatográfico deben validarse separadamente y posteriormente en conjunto, el instrumento (hardware), el programa (software) y los métodos analíticos utilizados. Por ello debemos poder asegurar y tener constancia escrita de ello, que nuestra interfase nos está transformando correctamente la señal que recibe del detector del cromatógrafo. Es esta la función del módulo de validación de interfases. Por supuesto, este elemento medidor viene acompañado a su vez de un certificado de calibración con su historial correspondiente a efectos de auditoría.

El segundo elemento de validación que incorpora Turbochrom 3 lo constituye el System Suitability Test. Mediante esta posibilidad el sistema es capaz de emitir informes en los que se incluyen, a voluntad del cromatografista, los parámetros fijados por las farmacopeas u otros requerimientos y que informan de modo objetivo sobre la calidad del sistema analítico. Parámetros tales como el número de platos teóricos, resolución entre dos picos, factor de simetría de un pico entre otros, repetitividad a lo largo del tiempo, debidamente cuantificada con valores medios y desviaciones estándar, fácil y cómodamente mediante el simple manejo del *ratón* del ordenador.

La incorporación de elementos de este tipo en sistemas de bajo coste como los que funcionan sobre PC, ha supuesto un auténtico revulsivo tanto para los suministradores de instrumentación como para el propio cromatografista, puesto que al suministrarse estas herramientas queda descargado de gran parte del trabajo rutinario que tiene como propósito la validación de su sistema.

Es oportuno incluir aquí la puntualización de que *no es el suministrador* quien debe validar sus productos sino el usuario final de estos productos. Sólo él es el responsable de cada aplicación particular de un instrumento o método analítico en un entorno particular. El es quien debe decidir si el sistema resulta o no adecuado, no únicamente en un momento determinado sino también a lo largo del tiempo. Sin embargo, sí es misión *ineludible* por parte de las compañías suministradoras y este es el criterio adoptado por Perkin Elmer, la de facilitar al máximo esta labor de validación, proporcionando todos aquellos elementos o herramientas que conduzcan a ella.



-Pues sí que era una muestra agresiva...

Si usted trabaja en Cromatografía:

- Algo habrá que pueda enseñarnos.
- Algo habrá que podamos enseñarle.

¡Hágase miembro del GCTA!



**NUESTRA TRADICIÓN ES EL PROGRESO**

Desde 1851 Heinrich Emanuel Merck garantiza la máxima calidad de sus productos. Hoy esta garantía sigue siendo nuestro compromiso.

El sistema de instrumentos LiChroGraph<sup>®</sup> para HPLC es un producto destacado en nuestra empresa, marcando la pauta en la HPLC analítica.

Igoda, S.A., Apdo. 47  
08100 Mollet del Vallés (Barcelona)

**MERCK**

# Algo extraordinario está sucediendo



*Un inyector automático integrado, con nuevas prestaciones en flexibilidad y control.*



*Teclado simplificado, con teclas codificadas y diferentes colores funcionales, para controlar el inyector automático y el cromatógrafo.*



*El sistema de tratamiento de datos OMEGA de PE Nelson, permite el control cromatográfico con capacidad multiusuario.*



*El integrador Personal PE Nelson Modelo 1020, con gráficas en pantalla y un disco de 20-MB.*



*Perkin Elmer les ofrece experiencia, conocimientos, red de oficinas locales, servicio y departamentos de soporte y educación, al servicio de todos nuestros usuarios.*

El concepto del nuevo cromatógrafo de gases de PERKIN ELMER es relativamente sencillo: Que permita hacer al cromatografista lo que había estado soñando.

Encontrarse con un AutoSistema cromatográfico:

Es el primer cromatógrafo de gases con un inyector de líquidos totalmente integrado, ofreciéndole la máxima flexibilidad en la inyección de muestras.

Su concepción se basa en la fiabilidad y versatilidad, para incrementar la productividad y control de calidad en cualquier tipo de laboratorio.

Con los sistemas de tratamiento de datos PE Nelson, se alcanza el máximo nivel de comunicaciones y de control del AutoSistema Cromatográfico.

Su nivel de seguridad, unido a la fácil auditoría de resultados, lo hacen idóneo para el cumplimiento estricto de las G.L.P.

Para más información o demostración del AutoSistema Cromatográfico, puede contactar con cualquiera de nuestras oficinas:

## PERKIN ELMER

Madrid, 28034  
La Masó, 2  
Tel. (91) 734 04 00

Bilbao, 48014  
Avda. Lehendakari Aguirre, 11  
Tel. (94) 447 10 21

Sevilla, 41011  
Av. Rep. Argentina, 39  
Tel. (954) 45 70 22

Zaragoza, COMERCIAL RAFER  
Bolonía, 12  
Tel. (976) 23 74 00

Santiago de Compostela, HORTAS  
Polígono El Tambre  
Vía Edison  
Ciudad del Transporte, Nave 86  
Tel. (981) 57 20 20

Barcelona, 08017  
General Vives, 25-27  
Tel. (93) 212 22 58

Valencia, 46008  
Buen Orden, 11  
Tel. (96) 325 17 52

Granada, 18008  
Compositor Ruiz Aznar, 15  
Tel. (958) 11 96 12

Gijón, DISMED SA  
General Solchaga, 5  
Tel. (985) 34 27 05