

**C**romatografía y

**T**écnicas

**A** fines

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

*Volumen 10. Núm. 2 (1986)*

## Beckman introduce el P/ACE para separaciones automáticas por Electroforesis

Reproducibility  
Nanoliter Samples

Results in Minutes  
High Resolution

Femtomole Quantitation



Ejemplo de 11 inyecciones de una muestra de 5 microlitros hecha con el P/ACE y con coeficiente de variación en el tiempo de migración menor de 0.25%.

El P/ACE SYSTEM 2000 de Beckman está diseñado hoy pensando en el futuro.

Este sistema modular P/ACE 2000 muestra el camino de la evolución en Electroforesis Capilar.

Un sistema de detección intercambiable posibilita futuras opciones de detección. El control de la temperatura proporciona una repetibilidad inigualable; y los viales de muestra herméticos minimizan la evaporación de la muestra. Todo exclusivo del P/ACE. También exclusivo, un precio razonable.

... COMPRE el P/ACE hoy con las últimas técnicas de separación en Electroforesis Capilar, y consiga rápidamente separar proteínas, péptidos, oligonucleótidos sintéticos, fragmentos de DNA y mucho más.

Si desea mayor información contacte con nosotros. Detrás de nuestros productos siempre hay una persona a su servicio.

# BECKMAN

## **CROMATOGRAFIA Y TECNICAS AFINES**

Madrid, diciembre de 1989. Vol. 10. Núm. 2.

GRUPO DE CROMATOGRAFIA Y TECNICAS AFINES

(Real Sociedad Española de Química)

### **INDICE**

#### **127 Palabras del Presidente**

#### ARTICULOS

- 129 **Análisis cuantitativo de los carbohidratos libres de la leche por cromatografía de gases**, por M.M. Calvo
- 139 **Aplicación del método SIMPLEX a la optimación de técnicas cromatográficas. I. Fundamentos y teoría**, por J. Tabera
- 147 **Aplicación del método SIMPLEX a la optimación de técnicas cromatográficas. II. Programas de cálculo y ejemplo práctico**, por J. Tabera y G.P. Blanch
- 159 **Técnicas cromatográficas aplicadas a la detección de alteraciones en productos cárnicos**, por M.E. Marín, A.V. Carrascosa e I. Cornejo
- 167 **Aplicación de técnicas electroforéticas al estudio de los productos cárnicos curados**, por L. Amigo y A.V. Carrascosa

#### NOTICIAS DEL GCTA

- 170 Reunión Anual 1989
- 171 Asamblea General
- 172 Nuevos socios

#### INFORMACION BIBLIOGRAFICA

- 182 Reseña de libros

#### NOTICIAS

- 186 Cursos
- 189 Actividades para 1990
- 198 Informaciones

#### NOVEDADES TECNICAS

- 202 De nuestras empresas colaboradoras

Editores: — **Isabel Martínez Castro**  
Instituto de Química Orgánica General, CSIC  
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid. Tel. 262 29 00 (ext. 212)

— **Guillermo Reglero Rada**  
Instituto de Fermentaciones Industriales, CSIC  
Juan de la Cierva, 3 - 28006 Madrid. Tel. 262 29 00 (ext. 277)

Depósito legal: M-1902-1975

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

FELIZ AÑO 1990



## Palabras del Presidente

Parece obligado iniciar cada número de nuestro boletín con unas palabras del presidente, que esta vez hemos sustituido por unas palabras de la vicepresidenta. Estas palabras de introducción al número tienen como objetivo indicar a los lectores las principales líneas de actuación del grupo y los objetivos que se ha propuesto alcanzar la Junta Directiva. Acabamos de celebrar nuestra reunión anual, el pasado mes de noviembre en Reus y en ella pudimos vernos e intercambiar impresiones y puntos de vista. Me corresponde por tanto hacer algunas reflexiones sobre el desarrollo de la reunión y sus posibles frutos.

En primer lugar debemos felicitarnos tanto por el número de asistentes (202 inscritos) como por el número de carteles y comunicaciones presentados (99). Además el aumento de participantes permitió un mayor intercambio de ideas lo que redundó en la mejora de la calidad de la cromatografía en nuestro país. Quisiera también señalar la calidad de los trabajos presentados así como las intervenciones e intercambios de opinión que se produjeron en las sesiones de discusión de carteles y que permitieron poner sobre el tapete los problemas encontrados por los autores, las soluciones propuestas así como la sugerencia de otras posibles todo ello dentro de un amplio intercambio de ideas.

En esta reunión introdujimos algunas variaciones que también quisiera comentar, por un lado el mantenimiento de los carteles expuestos durante toda la reunión lo que permitió una mayor comunicación e interacción entre los participantes, así como una exposición comercial ubicada en la misma zona de los carteles que fue muy bien acogida por los asistentes y que puede ser el inicio de otras posibles actuaciones en este campo. Además las conferencias que incluían temas de gran actualidad fueron seguidas con gran atención por los asistentes que las valoraron positivamente. También fueron muy bien recibidas las dos mesas redondas que celebramos una sobre cromatografía iónica y la otra sobre espectrómetros de masas de sobremesa como detectores cromatográficos que contaron con la colaboración de diversas casas comerciales y que permitieron que el público se hiciera una idea del amplio abanico de propuestas existentes y de sus diferencias, ventajas y limitaciones.

Las respuestas a las encuestas repartidas entre los asistentes nos llevan a pensar que en general se valoró positivamente la organización de la reunión así como la organización de un curso sobre columnas capilares lo que anima a la Junta Directiva a seguir en la línea iniciada.

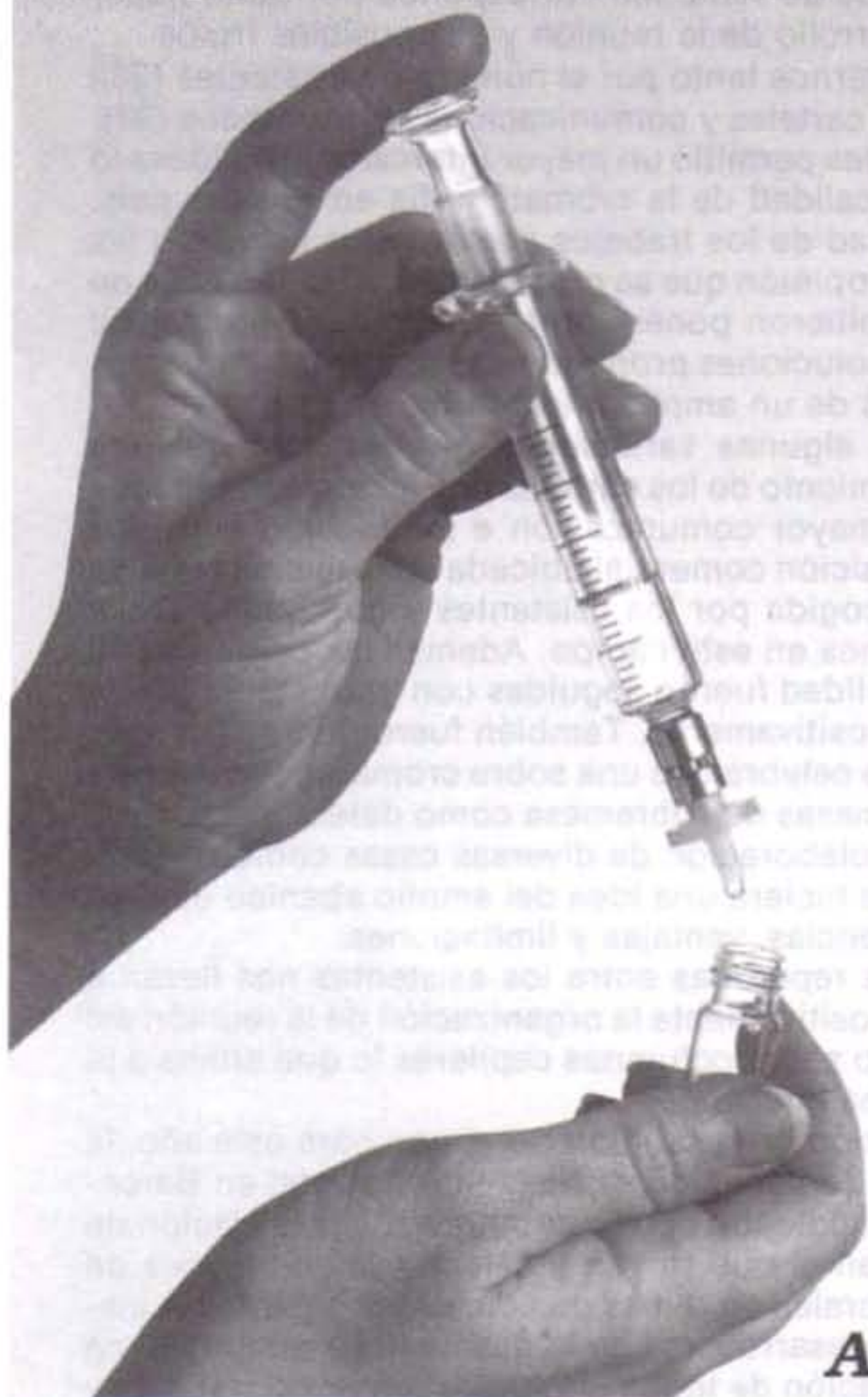
Ya hemos iniciado la organización de la reunión del grupo para este año, la celebraremos en el marco de las Jornadas de Análisis Instrumental en Barcelona, del 7 al 9 de noviembre, coincidiendo con Expoquimia. La celebración de nuestra reunión en este marco, en el que se van a celebrar las reuniones de otros grupos y conferencias generales en temas de actualidad en análisis instrumental esperamos que pueda desarrollarse en la misma línea que la última reunión y animamos a la participación de todos los socios enviando trabajos y asistiendo a la reunión.

*María Teresa Galcerán (Vicepresidenta)*



# Gelma 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**

 **Gelma Sciences**



**Hucoa-Erlöss**

MADRID 28046  
PASEO DE LA CASTELLANA, 341. TEL. (91) 723 72 12 (6 LINEAS) TELEX 20805. FAX 374 19 04  
BARCELONA 08028  
AVDA. MARE DE DEU DE MONTSERRAT, 150-152. TELS. (93) 256 24 00 y 256 78 05. FAX 256 48 98  
SEVILLA 41009  
C/ HONDEROS, 10. (PLAZA DE LOS NARVAJOS). TEL. (954) 37 70 41. FAX 38 96 12

# Análisis cuantitativo de los carbohidratos libres de la leche por cromatografía de gases

*M.M. Calvo*

*Instituto de Fermentaciones Industriales (C.S.I.C.). Juan de la Cierva, 3.  
28006 Madrid*

## INTRODUCCION

Uno de los problemas que tiene planteado el sector lácteo en el apartado de las leches líquidas es conseguir un método para diferenciar las leches procesadas por el tratamiento térmico recibido.

Martínez Castro y Olano (1978), Andrews (1984), Geier y Klostermeyer (1983) y Burton (1984) entre otros, han propuesto la determinación del contenido en lactulosa para dicho fin. Asimismo se ha propuesto la determinación de la epilactosa o de la galactosa para diferenciar las leches UHT de las esterilizadas (Olano y col., 1989).

Uno de los métodos empleados en la determinación de la galactosa, epilactosa y lactulosa ha sido la cromatografía de gases.

Los trimetil silil derivados (TMS) han sido ampliamente utilizados en el análisis de carbohidratos por cromatografía de gases. Como donantes de grupos TMS se han empleado entre otros: hexametildisilazano, trimetil clorosilano (Sweeley y col., 1963), N-trimetilsilil imidazol (Butts y Jolley, 1970) y N-O-bis (trimetilsilil) acetamida (Laker y Mount, 1980).

Entre los patrones internos utilizados figuran: tricosano (Müller y col., 1969), turanosa (Laker, 1979),  $\beta$ -fenil glucósido (Martínez Castro y Olano, 1980) y m-inositol (Demaimay y Baron, 1978).

Las fases más utilizadas en el análisis de los carbohidratos libres de la leche han sido la OV-17 y OV-25 (Haverkamp y col., 1971) y SE-54 (Nikolov y Reilly, 1982).

Las columnas utilizadas hasta el momento han sido las clásicas y las capilares. En las columnas capilares la lactulosa se eluye como un pico mayoritario acompañado de un hombro, posiblemente debido a algunas de las cinco formas anoméricas de la lactulosa. Si se basa la determinación en la medida del pico mayoritario, una variación en la composición anomérica podría dar lugar a error. Para evitar variaciones en la composición anomérica de las muestras, éstas se deben equilibrar antes de su transformación en trimetil silil derivados.

En el análisis de los azúcares de la leche por cromatografía de gases la alta concentración de lactosa (aproximadamente un 5%) con respecto a la lactulosa (entre un 0,001-0,02%) puede dificultar la cuantificación de este último azúcar al eluirse los dos disacáridos muy próximos. Esto puede crear problemas cuando se trabaja con columnas de baja capacidad de carga, caso de las columnas capilares, o cuando se trabaja con columnas de baja eficacia, caso de las columnas clásicas.

En estos últimos años se han desarrollado otro tipo de columnas, como las microrrellenas y las de alto espesor de película, con mayor capacidad de carga que las capilares y mayor eficacia que las clásicas. Por ello pensamos que era interesante llevar a cabo un estudio comparativo de la utilización de estos tipos de columnas así como las clásicas y capilares en el análisis de carbohidratos libres de la leche con el objeto de establecer las condiciones más adecuadas para este tipo de análisis.

## **MATERIALES Y METODOS**

### **Columnas utilizadas**

Las columnas ensayadas en el análisis de los carbohidratos libres de la leche fueron:

- columna OV-17 capilar de sílice fundida (25 m x 220  $\mu$  d.i., espesor de fase 0,2  $\mu$ ) de Chrompack
- columna metil silicona de fase ligada y sílice fundida (columna HP-17) (10 m x 530  $\mu$  d.i., espesor de fase 2  $\mu$ ) de Hewlet Packard
- columna OV-17 clásica de acero inoxidable (3 m x 2 mm d.i. x 3,2 mm d.e.). Fase al 3% sobre un soporte de Chromosorb W/HP de 80-100 mesh
- columna OV-17 microrrellena de acero pretratado (3 m x 0,8 mm d.i. x 1 mm d.e.). Fase al 2,5% sobre un soporte de Volaspher de 120-140 mesh
- columna mixta OV-17/OV-1 (80/20) microrrellena de vidrio (3 m x 0,8 mm d.i. x 1 mm d.e.). Fase al 2% sobre un soporte de Volaspher de 120-140 mesh
- columna OV-17 microrrellena de acero pretratado (3 m x 0,8 mm d.i. x 1 mm d.e.). Fase al 2% sobre un soporte de Volaspher de 120-140 mesh desilanzado.

Las columnas clásicas y microrrellenas se prepararon en el laboratorio siguiendo el método de Reglero y col. (1985).

### **Condiciones cromatográficas**

Para los análisis se utilizó un cromatógrafo de gases Sigma 3B de Perkin Elmer dotado de un detector de ionización de llama. Los datos se recogieron en un integrador Perkin Elmer mod. LCI-100.

En todos los casos se utilizó nitrógeno como gas portador. En las columnas capilar y HP-17 se utilizó un divisor de flujo, o split. La relación de split en dichas columnas fue 1:100 en la capilar y 1:5 en la de alto espesor de película.

Las condiciones de temperatura ensayadas en cada columna para el análisis de los trimetilsilil derivados de los carbohidratos libres de la leche se muestran en la tabla I.

### **Preparación de las muestras**

Se siguió el método descrito por Martínez Castro y Olano (1980). 1 ml de leche (esterilizada o UHT) se llevó hasta 10 ml con metanol. Al cabo de una hora se filtró conteniendo el filtrado los carbohidratos libres de la leche objeto de estudio.

La adición del patrón interno se lleva a cabo añadiendo a 1 ml de la solución metanólica que contiene los carbohidratos 1 ml de una solución de patrón interno, al 0,1% en metanol/agua (70/30).



**Tabla I. Condiciones cromatográficas utilizadas en el análisis de los trimetilsilil derivados de los carbohidratos libres de la leche.**

	OV-17 capilar	HP-17	OV-17 clásica	OV-17 microrrellena
Temperatura inyector y detector (°C)	280	280	280	300
Temperatura inicial del horno	235	230	240	200
Tiempo inicial (min)	1	10	—	2
Rampa de calentamiento (°C/min) 39	30	—	15	
Temperatura final del horno (°C) 240	240	240	270	
Tiempo final (min)	20	20	—	15

Las soluciones metanólicas que contenían los carbohidratos y el patrón interno se evaporaron en un rotavapor a temperatura ambiente y a vacío. A continuación se les añadió 0,1 ml de trimetilsilil imidazol manteniéndose a 65 °C media hora. Los trimetilsilil derivados así obtenidos se inyectaron directamente en el cromatógrafo, o bien se les añadió 0,1 ml de hexano y 0,2 ml de agua inyectándose en la fracción hexánica la cantidad requerida en cada tipo de columna (0,2-1,2  $\mu$ l).

Para los análisis en la columna capilar y en la HP-17 antes de obtener los trimetilsilil derivados se equilibraron las formas anoméricas de los carbohidratos añadiendo a las muestras previamente evaporadas 0,1 ml de piridina anhídrido, manteniéndolas a 65 °C una hora y media.

### **Cálculo de los factores de respuesta**

La identificación de cada uno de los carbohidratos así como de los patrones internos se hizo inyectando soluciones puras de cada uno de ellos determinándose en cada caso los tiempos de retención de cada azúcar.

Para la determinación cuantitativa de los carbohidratos se calcularon previamente los factores de respuesta (FR) a partir de soluciones de carbohidratos puros de composición conocida, relacionándose las alturas obtenidas para cada uno de dichos carbohidratos con las alturas de los patrones internos ensayados.

Los FR se calcularon en las columnas: OV-17 capilar, OV-17 clásica, HP-17 y OV-17 microrrellena con fase al 2% sobre un soporte desilanzado. En todas las columnas se utilizó el  $\beta$ -fenil glucósido como patrón interno, salvo en la columna HP-17 en la que se utilizaron la trealosa y el perseitol como patrones.

En la columna HP-17 se inyectaron tres soluciones distintas 8 veces cada una y en el resto de las columnas se inyectaron cuatro soluciones distintas también 8 veces cada una. El factor de respuesta de la epilactosa se calculó aparte dada

la poca cantidad, 5 mg, que disponíamos de este compuesto; se procedió inyectando 8 veces cada una de las tres soluciones preparadas conteniendo cantidades conocidas de epilactosa y patrón interno.

De cada una de las inyecciones se determinó el factor de respuesta de cada carbohidrato aplicando la fórmula:

$$\text{Factor de respuesta} = \frac{\text{mg del carbohidrato} \times \text{área del patrón interno}}{\text{mg del patrón interno} \times \text{área del carbohidrato}}$$

El factor de respuesta aplicado posteriormente en la cuantificación de cada uno de los carbohidratos se determinó calculando la media de los obtenidos en todas las inyecciones de cada una de las soluciones preparadas.

## RESULTADOS Y DISCUSION

Antes de realizar el cálculo de los factores de respuesta, necesario para el análisis cuantitativo con patrón interno, se estudiaron la eficacia de cada columna, así como la resolución que se obtenía entre cada uno de los carbohidratos libres de la leche.

En las columnas antes mencionadas se calculó la eficacia utilizando el trimetil silil derivado de la lactulosa. Como índices de la eficacia se calcularon el número de platos teóricos (n) y la altura equivalente a plato teórico (HEPT).

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla II. La máxima eficacia correspondió a la columna capilar, seguido de la microrrellena con fase al 2% sobre soporte desilanizado, la columna clásica y la de alto espesor de película. En las columnas microrrellenas preparadas con soporte silanizado se obtuvieron eficacias bajas, incluso menores a las de la columna clásica, esto puede deberse a que los soportes silanizados no permitan una buena impregnación de la fase OV-17. La impregnación no mejoró cuando se utilizó una fase mixta OV-17/OV-1 (80/20) (p/p).

**Tabla II. Eficacias de las columnas ensayadas expresadas como número de platos teóricos (n) y altura equivalente a plato teórico (HEPT).**

Columna	Eficacia	
	n	HEPT (mm)
Clásica	3164,1	0,95
De alto espesor de película	7949,4	1,26
Capilar	46616,0	0,21
Microrrellena al 2%	3795,5	0,91
OV-17/OV-1(80/20) microrrellena	6933,3	1,44
Microrrellena al 2,5%	1234,5	2,40
Microrrellena al 2% soporte desilanizado	11366,0	0,26

Dados los pobres resultados obtenidos con las columnas microrrellenas elaboradas con soportes silanizados éstas se desecharon para los análisis posteriores. En el resto de las columnas se determinó la resolución entre los azúcares objeto de estudio utilizando las condiciones cromatográficas en las que se conseguía la máxima eficacia.

La resolución encontrada entre la  $\alpha$ -lactosa y lactulosa fue suficiente para conseguir una medida correcta de ambas áreas. En todos los casos el pico correspondiente a la  $\beta$ -epilactosa se solapaba con el de la lactulosa por lo que en determinaciones cuantitativas tuvo que tenerse en cuenta el área del pico de la  $\beta$ -epilactosa determinado a partir del valor correspondiente de la  $\alpha$ -epilactosa conocida la composición anomérica en equilibrio, 57% de  $\alpha$ -epilactosa y 43% de  $\beta$ -epilactosa (Martínez Castro y Olano, 1980).

En las figuras I, II, III y IV se muestran cromatogramas de los trimetilsilil derivados de los carbohidratos de la leche y de los patrones internos. Los tiempos de elución de las muestras fueron de 37 minutos en la columna de alto espesor de película, 35 minutos en la capilar, 25 minutos en la clásica y 16 minutos en la microrrellena. En las condiciones utilizadas para la columna clásica los monosacáridos se eluyen con el disolvente (hexano).

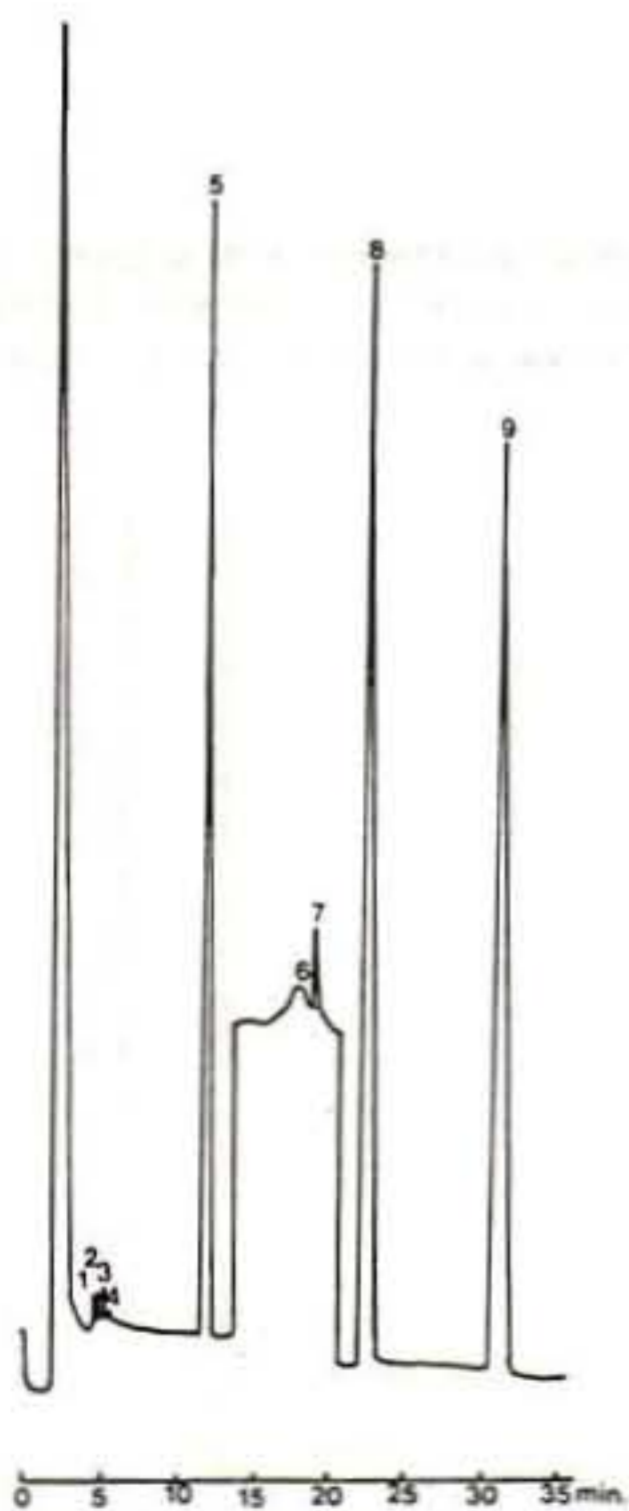


Fig. 1. Cromatograma de los trimetil silil derivados de los carbohidratos libres de la leche obtenidos con una columna capilar OV-17 de sílice fundida (Chrompack). 1 a 3-galactosa, 4-glucosa, 5- $\beta$  fenil glucósido (patrón interno), 6- $\alpha$  epilactosa, 7-lactulosa y  $\beta$  epilactosa, 8- $\alpha$  lactosa, 9- $\beta$  lactosa.

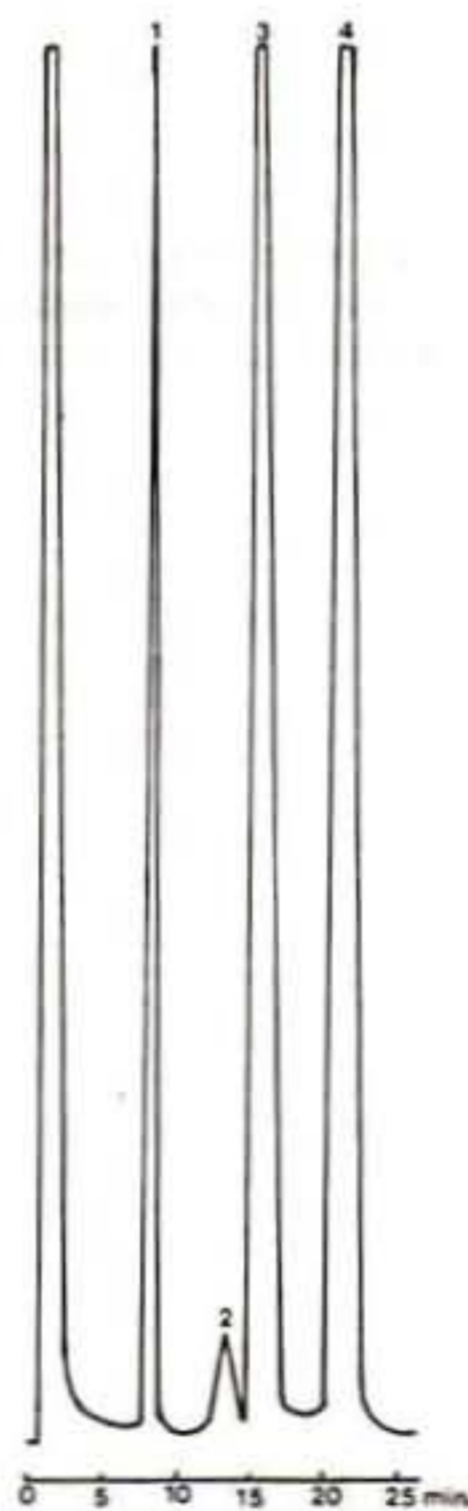


Fig. 2. Cromatograma de los trimetil silil derivados de los carbohidratos libres de la leche obtenidos con una columna clásica. OV-17 al 3% sobre Chromosorb W/HP 80-100 mesh. 1- $\beta$  fenil glucósido (patrón interno), 2-lactulosa, 3- $\alpha$  lactosa, 4- $\beta$  lactosa.

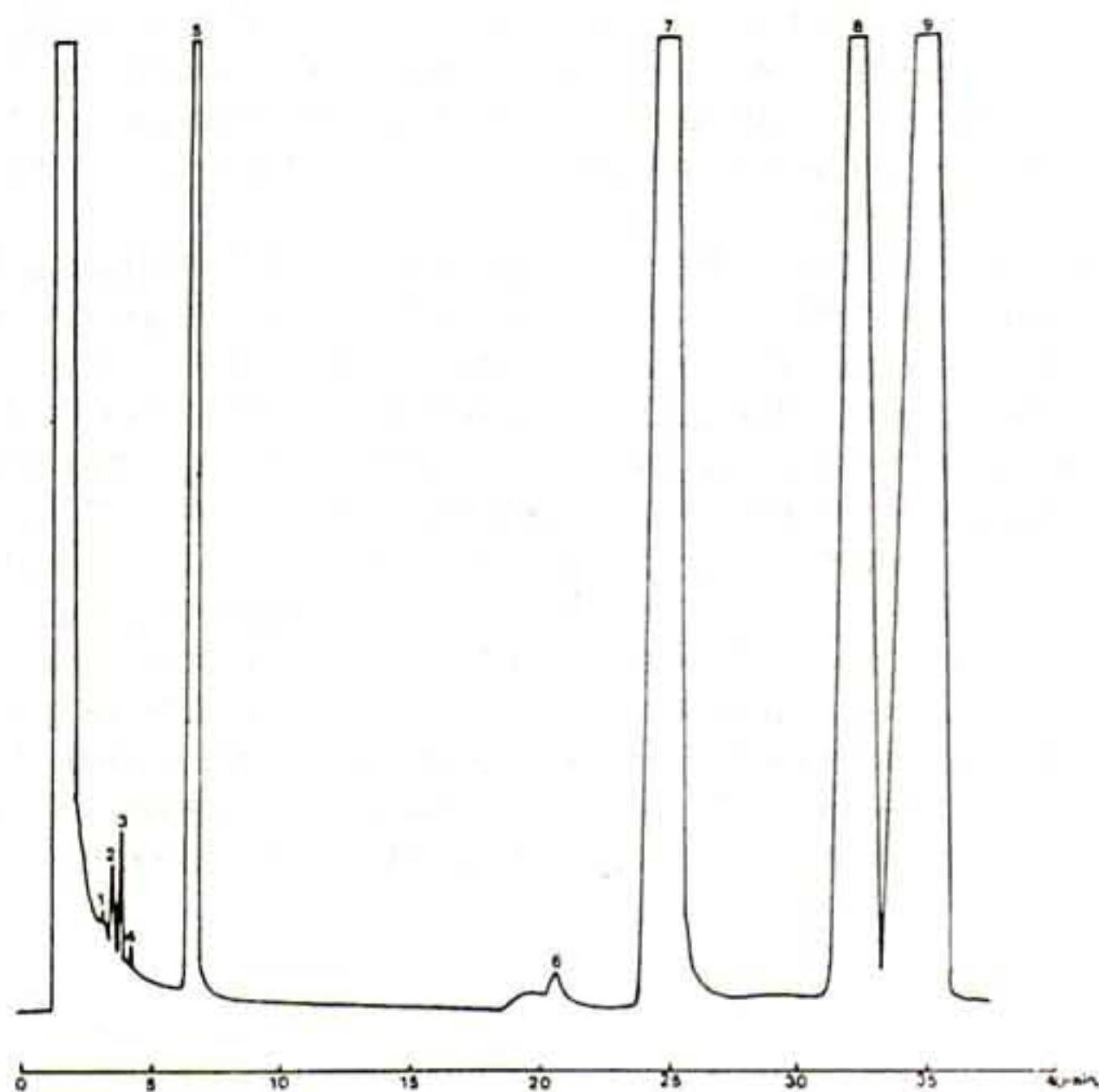


Fig. 3. Cromatograma de los trimetil silil derivados de los carbohidratos libres de la leche obtenidos con una columna de metil silicona de alto espesor de película. (HP-17, Hewlett Packard). 1 a 3-galactosa, 4-glucosa, 5-perseitol (patrón interno), 6-lactulosa, 7-trealosa (patrón interno), 8- $\alpha$  lactosa, 9- $\beta$  lactosa.

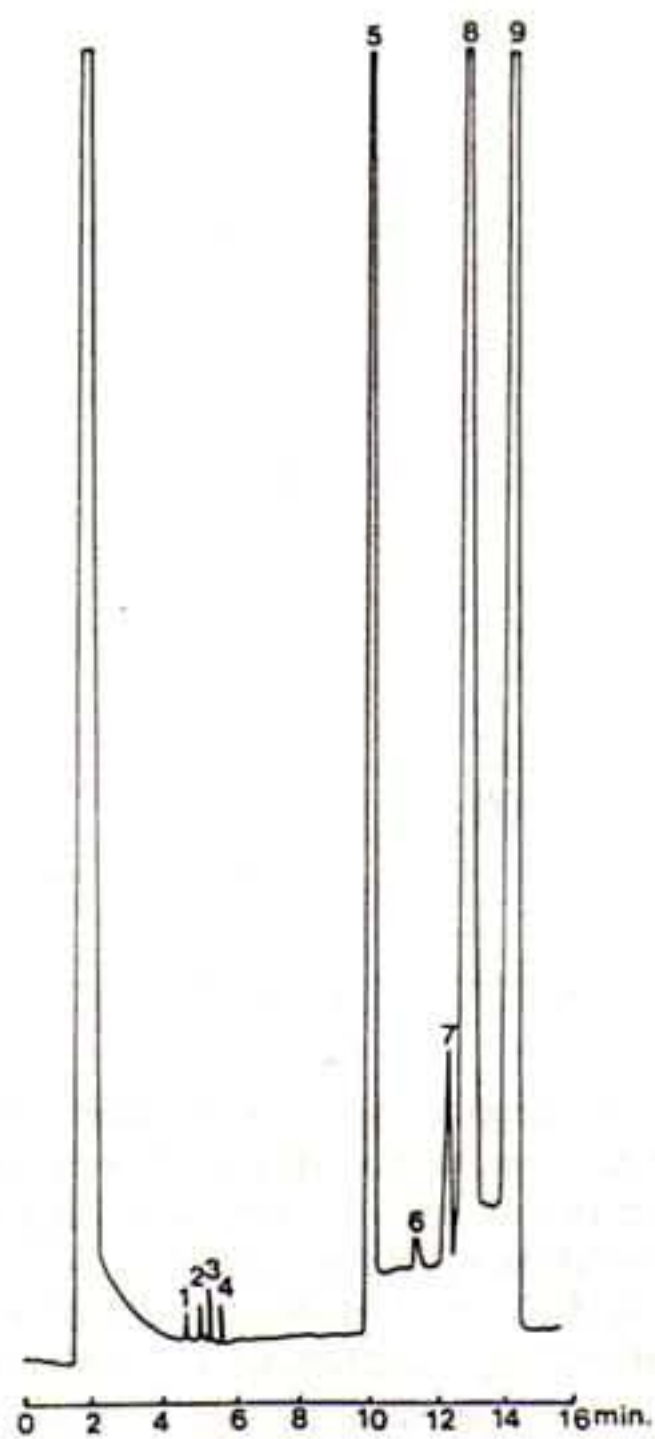


Fig. 4. Cromatograma de los trimetil silil derivados de los carbohidratos libres de la leche obtenidos con una columna microrrellena. (OV-17 al 2% sobre Volaspher 120/140 mesh desilanzado). 1 a 3-galactosa y  $\alpha$  glucosa, 4- $\beta$  glucosa, 5- $\beta$  fenil glucósido (patrón interno), 6- $\alpha$  epilactosa, 7-lactulosa y  $\beta$  epilactosa, 8- $\alpha$  lactosa, 9- $\beta$  lactosa.

### Cálculo de los factores de respuesta

En la columna de alto espesor de película el  $\beta$ -fenil glucósido se eluía con el mismo tiempo de retención que la lactulosa por lo que en esta columna se utilizaron como patrones internos el perseitol, eluido a continuación de los monosacáridos, y la trealosa, eluido entre los disacáridos.

Los FR calculados, así como los coeficientes de variación determinados en cada columna se muestran en la tabla III.

**Tabla III. Factores de respuesta de los carbohidratos objeto de estudio (galactosa, lactulosa, lactosa) en las distintas columnas cromatográficas.**

Columna	Patrón interno	Carbohidrato Fr(cv*)		
		galactosa	lactulosa	lactosa
Clásica	$\beta$ -fenil glucósido	—	1,14 (20)	0,97 (3)
Alto espesor de película	Trealosa	—	0,85 (14)	0,86 (9)
	Perseitol	0,91 (34)	1,20 (20)	1,21 (16)
Capilar	$\beta$ -fenil glucósido	0,55 (1,2)	3,28 (11)	3,28 (6)
Microrrellena	$\beta$ -fenil glucósido	0,94 (6)	1,03 (13)	0,95 (4)

\*cv = coeficiente de variación.

Los coeficientes de variación de los FR calculados en la columna de alto espesor de película son muy elevados usando tanto la trealosa como el perseitol como patrones. En la columna clásica el coeficiente de variación del FR calculado para la lactulosa fue bastante elevado (20%). Los coeficientes de variación de los FR calculados en las columnas capilar y microrrellena fueron similares. En la columna microrrellena se calculó el factor de respuesta y el coeficiente de variación de la epilactosa, el factor de respuesta fue 1,56 siendo el coeficiente de variación calculado igual a 10,6%.

Dado que la sílice que produce el trimetilsilil imidazol utilizado para la obtención de los trimetilsilil de los carbohidratos se acumula en el detector, se ha intentado soslayar este problema eliminando el exceso de reactivo mediante la adición de hexano y agua a la muestra, momentos antes de su inyección.

Para comprobar que la adición de hexano y agua no alteraba la determinación, se inyectó 9 veces una mezcla de patrones antes y después de añadir el hexano y el agua, determinándose en cada caso los FR obtenidos para la lactosa y la lactulosa así como el coeficiente de variación encontrado en cada caso (tabla IV). No se encontraron diferencias significativas en las determinaciones realizadas antes y después de añadir el hexano. Por ello en todos los análisis posteriores realizados para cuantificar los carbohidratos se extrajeron los trimetilsilil derivados antes de su inyección, ya que de este modo disminuye en gran medida la formación de depósito de sílice en el detector.

**Tabla IV. Cálculo de los FR lactosa y lactulosa en una mezcla de patrones inyectando los trimetilsilil derivados de los carbohidratos antes y después de extraerlos con hexano.**

FR de la lactulosa		FR de la lactosa	
Sin hexano	Con hexano	Sin hexano	Con hexano
2,92	3,16	2,78	2,86
3,62	3,69	3,73	3,46
3,25	3,73	2,84	3,14
2,66	3,08	2,99	3,49
3,00	3,15	3,27	3,53
3,07	3,43	3,06	3,30
3,29	3,84	3,42	3,20
3,12	3,11	3,34	3,33
3,28	3,20	3,49	3,17
$X = 3,13$	$X = 3,38$	$X = 3,21$	$X = 3,28$
$CV^* = 8,65\%$	$CV^* = 8,94\%$	$CV^* = 9,88\%$	$CV^* = 6,44\%$

CV = coeficiente de variación.

Dado que en la columna microrrellena se conseguía la elución de los carbohidratos en poco tiempo y que los FR calculados con esta columna no mostraron coeficientes de variación muy elevados, esta columna fue la elegida para la cuantificación de los carbohidratos en las muestras objeto de estudio.

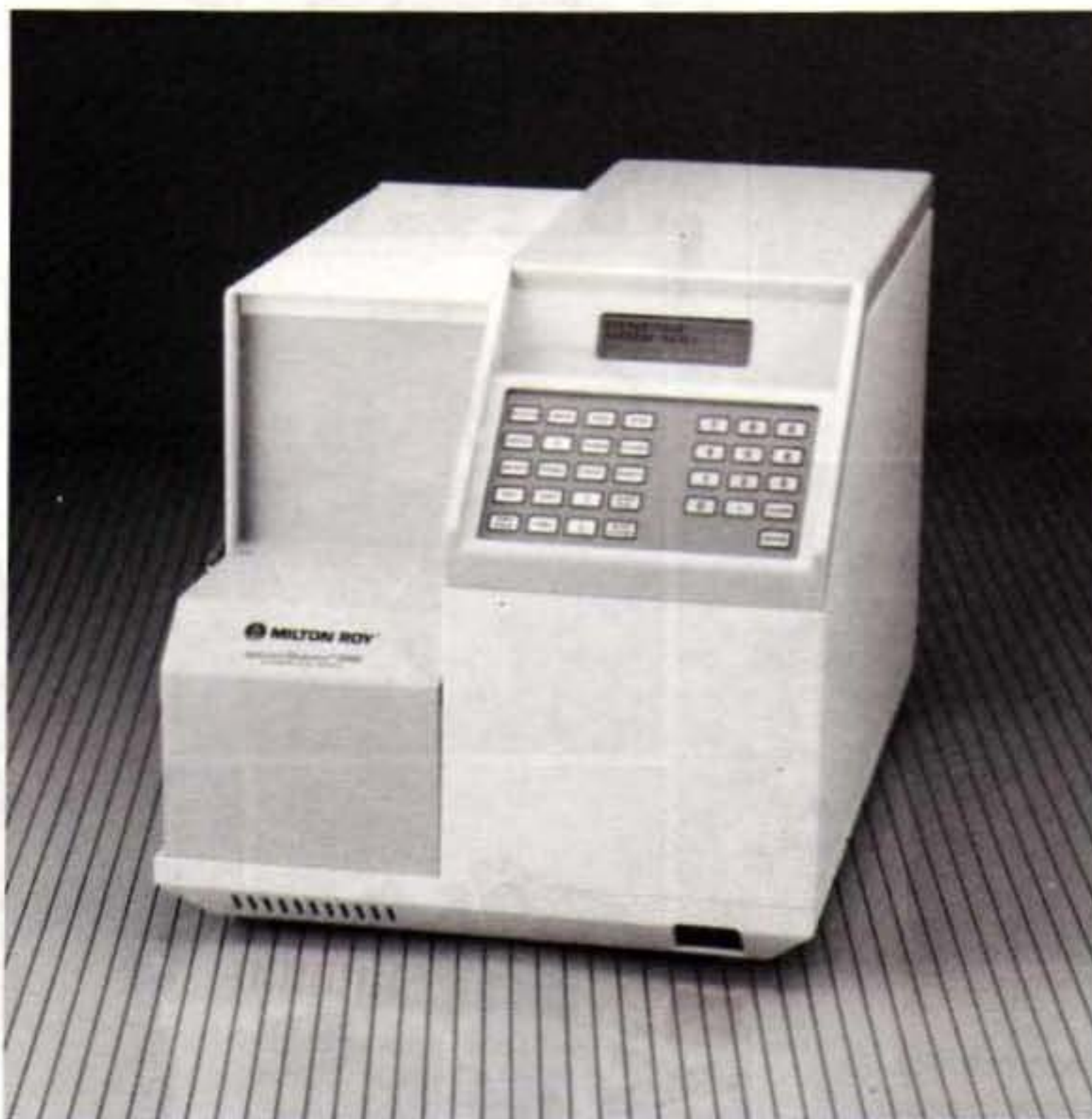
Los factores de respuesta calculados en la columna microrrellena fueron recalculados periódicamente, no encontrándose variaciones apreciables durante el tiempo en que se llevaron a cabo los análisis cuantitativos.

#### BIBLIOGRAFIA

- ANDREWS, G.R. (1984) *Journal Society Dairy Technology* **37**, 92.  
 BURTON, H (1984) *Journal of Dairy Research* **51**, 341.  
 BUTTS, W.C. & JOLLEY, R.L. (1970) *Clinical Chemistry* **16**, 722.  
 DEMAIMAY, M. & BARON, C. (1978) *Le Lait* **575-576**, 234.  
 GEIER, H. & KOLSTERMEYER, H. (1983) *Milchwissenschaft* **38**, 475.  
 HAVERKAMP, J., KAMERLING, J.P. and VLIEGENTHART, J.E. (1971) *Journal of Chromatography* **59**, 281.  
 LAKER, M.M. (1979) *Journal of Chromatography* **163**, 9.  
 LAKER, M.M. & MOUNT, J.N. (1980) *Clinical Chemistry* **26**, 441.  
 MARTINEZ CASTRO, I. & OLANO, A. (1978) *Revista Española de Lechería* **110**, 213.  
 MARTINEZ CASTRO, I. & OLANO, A. (1980) *Milchwissenschaft* **35**, 5.  
 MULLER, M., WALKER-SMITH, J. SHERMERLING, D.J., CURTIN, H. CH. & PRADER, A. (1969) *Clinica Chimica Acta* **24**, 45.  
 NIKOLOV, Z.L. & REILLY, P.J. (1983) *Journal of Chromatography* **254**, 157.  
 OLANO, A., CALVO, M.M. & CORZO, N. (1989) *Food Chemistry* **31**, 259.  
 REGLERO, G., HERRAIZ, M., CABEZUDO, M.D., FERNANDEZ SANCHEZ, E. & GARCIA DOMINGUEZ, J.A. (1985) *Journal of Chromatography* **348**, 327.  
 SWEELEY, C.C., BENTLEY, R., MAKITA, M. & WELLS, W.W. (1963) *Journal American Chemical Society* **85**, 2497.

# Nuevo detector de fotodiodos para HPLC LDC Spectromonitor 5000 de LDC Analytical

## ¡IMBATIBLE!



- IMBATIBLE EN PRESTACIONES
- IMBATIBLE EN CALIDAD
- IMBATIBLE EN PRECIO

**MICRON ANALITICA, S.A.**

—¡Excelencia en HPLC!—

---

Antonia Ruiz Soro, 2 - 28028 Madrid - Teléf. 246 74 29 - Fax 246 70 58

*(Si no queda plenamente satisfecho le devolveremos su dinero).*

los  
1001 ....  
productos  
y  
accesorios  
más  
utilizados.

CROMATOGRFIA  
ESPECTROSCOPIA



- Investigamos, desarrollamos, fabricamos y comercializamos.
- Consulta Científico-Técnica.
- Estudiamos y resolvemos problemas. Contrato llaves en mano.
- Consúltenos. Le interesa conocerlos.



un  
nuevo  
concepto

**KROMXPEK**

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

KROMXPEK ANALITICA, S. A.

Ctra. Cerdanyola, 65-67 • 08190 Sant Cugat del Vallés  
Barcelona (ESPAÑA) • Tel. (93) 675 02 44 • Fax (93) 675 05 16  
Télex 59.199 • Apdo. 282.

Rosario Fino, 18 • 28020 Madrid • Tel. (91) 571 67 84 •  
Fax (91) 571 67 85.



# Aplicación del método Simplex a la optimación de técnicas cromatográficas.

## I. Fundamentos y teoría

*J. Tabera*

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

### INTRODUCCION

Es bien conocida la frecuencia con que se presenta en cromatografía la necesidad de optimar una determinada técnica. La optimación exige probar experimentalmente las combinaciones a que pueden dar lugar los distintos valores a ensayar para las variables que van a influir en el mejor o peor resultado de dicha técnica. También es frecuente que el número de variables con influencia conocida o supuesta en el resultado final sea elevado, en cuyo caso resulta imprescindible una buena planificación si no se quiere llegar a un número abrumador de experiencias, muchas de las cuales proporcionarán información redundante o poco útil. Los métodos de optimación empírica tienen por objetivo, precisamente, obtener las condiciones óptimas de un proceso con la máxima seguridad y el mínimo esfuerzo experimental. En este artículo se describe el método Simplex. En uno posterior se darán los listados de dos programas puestos a punto para realizar por ordenador los cálculos necesarios para su uso, así como un ejemplo práctico de su aplicación al análisis cromatográfico.

### EL METODO SIMPLEX

El método Simplex, de los simplex sucesivos o de optimación autodirigida (1) fue propuesto por primera vez por Spendley et al. (2) y ha sido ampliamente utilizado desde entonces. Aunque el aspecto que aquí más nos interesa es su uso en optimación empírica (3-10) conviene indicar que se utiliza también con frecuencia para el ajuste no lineal de funciones matemáticas (11-15) que ha dado lugar a aplicaciones tan interesantes en cromatografía como la evaluación cualitativa y cuantitativa de cromatogramas de mezclas complejas (16). No debe confundirse el método Simplex de optimación autodirigida con el método Simplex de diseño estadístico de experimentos, a menudo conocido como diseño de mezclas o diseño Simplex en látrices, también ampliamente utilizado (17-19) que es, de hecho, un diseño factorial restringido.

Un procedimiento de optimación empírica consiste, esencialmente, en medir los efectos que producen en el comportamiento de un proceso determinados cambios en las variables de operación, y deducir de los resultados las direcciones en que deben realizarse nuevos cambios para obtener mejoras en dicho comportamiento. Se ensayan los nuevos valores de las variables y se repite el procedimiento hasta que dejen de conseguirse mejoras. Aunque pueden presentarse situaciones más complicadas, en una primera aproximación puede imaginarse el comportamiento de un proceso dependiente de dos variables como un montículo con el óptimo situado en la cima. Para cada par de valores de las variables existirá un valor de la respuesta que se corresponde con la altura o cota del montículo en ese punto. La respuesta puede ser cualquier

magnitud en función de la cual interese estudiar el comportamiento del proceso (p.ej. el rendimiento de una reacción química, la pureza de un producto, el área de un pico cromatográfico, la resolución de una zona del cromatograma, etc.) y puede obtenerse una representación bidimensional del mismo trazando líneas de isorrespuesta, similares a las curvas de nivel de un mapa topográfico.

La Fig. 1 es una representación de esta índole donde las curvas de nivel están cuantificadas como porcentaje del valor óptimo de la respuesta. Si se realizan las experiencias correspondientes a los puntos ABC, que forman un triángulo, se obtendría para el punto A el valor más desfavorable de respuesta. Realizando una nueva experiencia en el punto D (simétrico de A respecto al lado BC) obtendríamos un nuevo triángulo BCD cuyo vértice de peor resultado sería el B, que reflejado daría lugar al E, y así sucesivamente (Fig. 1.a). De esta manera, despreciando el vértice de peor respuesta y sustituyéndolo por su simétrico, es decir, llevando a cabo solamente una nueva experiencia cada vez, iríamos progresando de triángulo en triángulo hasta llegar al punto I, la máxima aproximación al óptimo que podemos conseguir. De la observación de la Fig. 1.b se deduce que partiendo de un triángulo de menor tamaño se habría conseguido una mejor aproximación al óptimo, aunque a costa de realizar mayor número de experiencias.

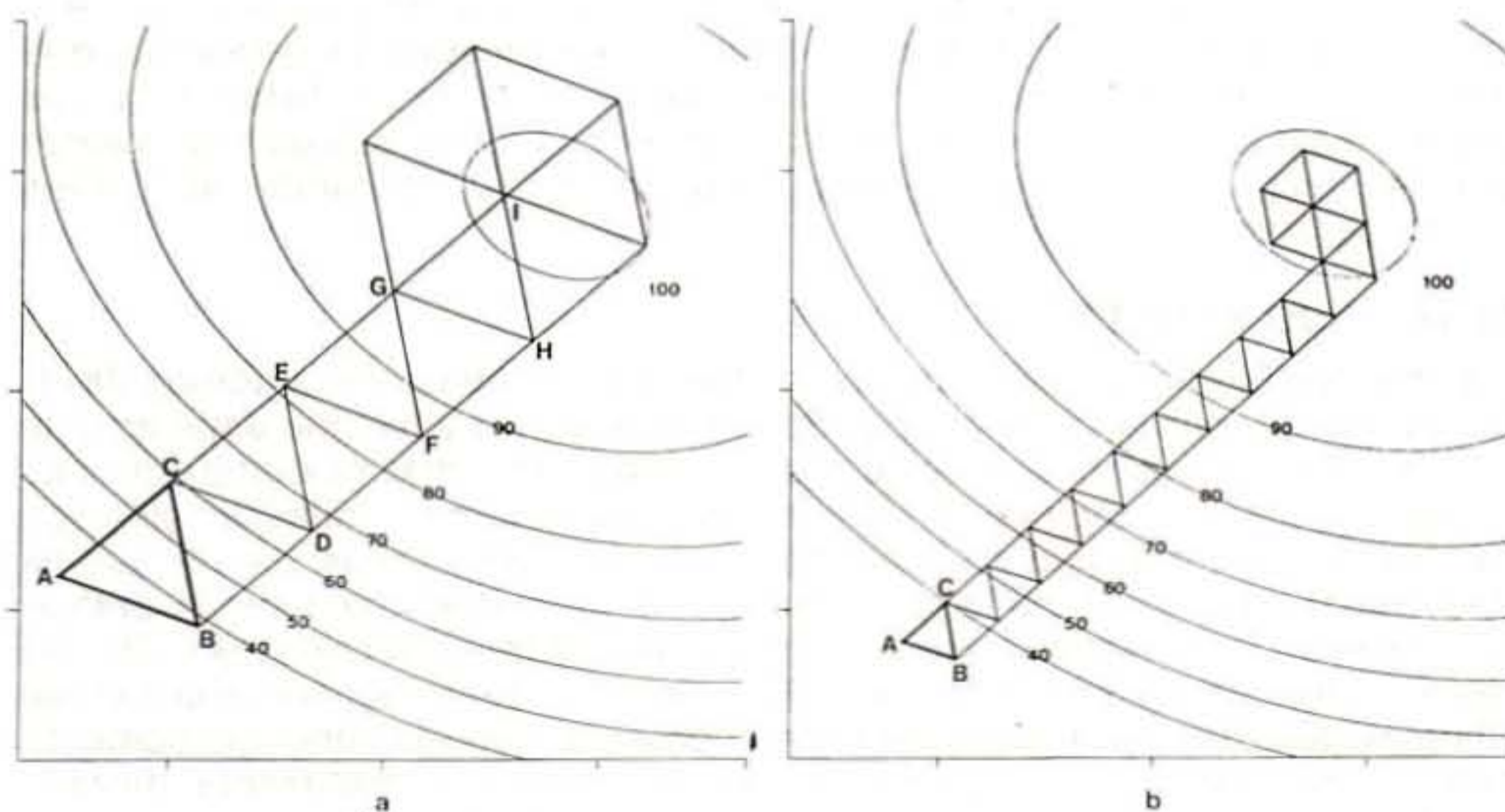


Fig. 1. Esquema de optimación por el método Simplex. Influencia del tamaño elegido.

El método Simplex hace uso de este principio generalizándolo para espacios multidimensionales. Para dos dimensiones la figura geométrica a repetir sería, como hemos visto, un triángulo equilátero, para tres dimensiones un tetraedro regular y para más de tres un simplex, es decir, un hiperpoliedro regular con  $k+1$  vértices en un espacio de  $k$  dimensiones. Aunque el desarrollo que sigue se refiere a un simplex regular, dicha regularidad no es imprescindible (20).

Una vez definidas las variables de proceso y el dominio experimental a estudiar, el método Simplex procede como sigue (2):

## 1. Diseño experimental inicial

Se construye un simplex inicial de arista unidad, de  $k$  dimensiones, definido por la matriz:

$$S_0 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & \dots & 0 \\ p & q & q & \dots & q \\ q & p & q & \dots & q \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ q & q & q & \dots & p \end{pmatrix} \quad (1)$$

donde:

$$p = (1/1.414 k) ((k-1)+(k+1)^{1/2}) \quad (2)$$

$$q = (1/1.414 k) ((k+1)^{1/2}-1) \quad (3)$$

Las filas de la matriz dan las  $k$  coordenadas de los  $k+1$  vértices del simplex y las columnas dan los diferentes valores a ensayar para cada variable. Cada vértice representa una experiencia y cada coordenada representa el valor de una variable correspondiente a esa experiencia.

Los valores  $0$ ,  $p$  y  $q$  de las ecuaciones 1 a 3 son coordenadas matemáticas; los valores físicos de las variables investigadas pueden calcularse a partir de las matemáticas del siguiente modo:

$$x_{fis} = x_0 + x_{mat} (x_2 - x_1) / e \quad (4)$$

donde  $x_{fis}$  es el valor físico de la variable  $x$ ,  $x_{mat}$  la correspondiente coordenada matemática,  $x_0$  su nivel de base u origen (valor físico del punto de partida),  $x_1$  y  $x_2$  los valores mínimo y máximo, respectivamente, del intervalo experimental estudiado y  $e$  el número de unidades matemáticas en que se ha dividido el dominio experimental. En otras palabras,  $(x_2 - x_1)/e$  es el valor físico correspondiente a una unidad matemática para la variable  $x$ , o sea, su factor de escala. Nótese que el investigador puede elegir libremente los valores de  $x_0$ ,  $x_1$ ,  $x_2$  y  $e$  de acuerdo con su conocimiento previo del problema y recuérdese (Fig. 1) que, fijado el dominio experimental, el valor de  $e$  va a determinar el tamaño del simplex.

## 2. Generación de los sucesivos simplex. Progresión.

Una vez realizadas las experiencias del simplex inicial,  $S_0$ , se identifica el vértice  $V_i$  ( $x_{i1}$ ,  $x_{i2}$ ,  $x_{ik}$ ) de peor respuesta y se realiza una nueva experiencia en el punto  $V_i^*$ , simétrico de  $V_i$  respecto al hiperplano formado por los vértices restantes. Se obtiene así un nuevo simplex,  $S_1$ , formado por  $V_i^*$  y los  $k$  vértices en común con  $S_0$ . Las coordenadas del nuevo vértice, en notación vectorial, son:

$$V_i^* = V_c + (V_c - V_i) \quad (5)$$

donde  $V_c$  es el centroide de los vértices retenidos (comunes a ambos simplex):

$$V_c = 1/k (V_1 + V_2 + \dots + V_{i-1} + V_{i+1} + \dots + V_k) \quad (6)$$

Este procedimiento se repite para moverse de  $S_1$  a  $S_2$ , de  $S_2$  a  $S_3$  y así sucesivamente. Nótese que el único requisito que se exige a las respuestas obtenidas para aplicar este método es poder identificar la peor de ellas para desprestigiar ese vértice y calcular las coordenadas del simétrico; en consecuencia, no es imprescindible cuantificar los resultados, el método es aplicable también a aquellas situaciones en que solamente se pueda establecer un orden de preferencia en las respuestas obtenidas.

### **3. Reglas de progresión para situaciones especiales**

#### **3.1. Salida del dominio experimental**

Como consecuencia de la naturaleza de autodirección del método, el movimiento a través de los simplex puede llevarnos fuera del dominio experimental prefijado. Puede evitarse una tal violación de frontera asignando al correspondiente vértice, sin hacer la experimentación, la peor respuesta, con lo que el simplex estará obligado a volver al campo experimental por aplicación de las reglas expuestas en los apartados 2 y 3.3 (21).

En este punto conviene hacer un comentario acerca de la importancia de la violación de frontera: a diferencia de otros diseños experimentales cuyo objetivo es la obtención de un modelo del proceso en el dominio experimental estudiado, y sólo en él, el método Simplex se utiliza para dirigirnos a la zona de óptimo del proceso, zona que no necesariamente estará incluida en la región experimental prefijada. Así pues, no tiene demasiado sentido en este caso hablar de una región experimental estricta y, consecuentemente, de violaciones de frontera. Los valores máximos y mínimos de cada variable experimental no deben entenderse, en general, en un sentido restrictivo, sino como necesarios para la conversión de unidades matemáticas en físicas mediante la ecuación 4. De hecho, hay algunos autores (22) que utilizan una formulación alternativa de dicha ecuación que no presupone dominio experimental alguno. A pesar de todo, pueden darse situaciones que originen salidas de la región experimental inaceptables por deberse a posibles discontinuidades en el comportamiento del proceso (por ejemplo un cambio de estado o una descomposición química al alcanzar ciertos valores de presión o de temperatura), o a imposibilidad de experimentar en dicha zona (limitaciones del equipo o del procedimiento). En estos casos el dominio experimental sí es importante y podemos mantener al proceso confinado en él por el sistema descrito.

#### **3.2. Observación demasiado vieja**

Cuando un vértice ha sido conservado durante  $k+1$  simplex sucesivos, puede que se haya encontrado para él un valor de respuesta falsamente alto debido a error experimental. En lugar de seguir la progresión normal como se indica en el apartado 2, hay que repetir la observación en ese punto. Si el nuevo valor de respuesta coincide con el anterior se continúa el movimiento tal como estaba previsto; de no ser así, se utilizará el nuevo valor, previamente comprobado, para decidir qué vértice se ha de desechar.

#### **3.3. Regreso al simplex anterior**

Si el vértice  $V_i^*$  resulta ser el peor del nuevo simplex, la aplicación de la reflexión nos devolvería al anterior. Se llegaría así a una situación de estancamiento, oscilando entre  $V_i$  y  $V_i^*$ . Para evitarlo, en lugar de rechazar  $V_i^*$  se rechaza el segundo peor vértice del nuevo simplex.

#### 4. Final de la optimación

Las reglas de progresión están diseñadas de manera que al llegar a las proximidades del óptimo, los sucesivos simplex girarán continuamente alrededor de él. En dos dimensiones no existe dificultad para determinar cuándo se ha alcanzado éste pues, dada la capacidad de agrupamiento compacto de los triángulos equiláteros, éstos llegarán a superponerse, dando lugar a experiencias exactamente iguales a las ya realizadas. Sin embargo, los tetraedros y otros simplex de mayor número de dimensiones no presentan dicha capacidad, por lo que darán lugar a experiencias parecidas pero no iguales a las ya realizadas, por tanto más difíciles de identificar (21). En estas circunstancias puede admitirse que se está en zona de óptimo cuando en dos o más movimientos sucesivos no se consiguen mejoras en la respuesta. Alcanzada la zona de óptimo, pueden adoptarse tres decisiones:

**4.1.** Reducir el tamaño del simplex para mejorar la aproximación al óptimo (Fig. 1. a, b).

**4.2.** Centrar en dicha zona un diseño de segundo grado que, además de permitir localizar el óptimo con mayor precisión, proporcionará un modelo del comportamiento del proceso en sus alrededores, lo que no puede conseguirse con el método Simplex.

**4.3.** Dar por finalizada la búsqueda si se considera haber conseguido suficiente mejora.

Por último, conviene indicar la siguiente propiedad del método Simplex: si se realiza un movimiento equivocado, la capacidad autodirectiva del método reorientará el movimiento, de modo que la única consecuencia será un retraso en la aproximación al óptimo, que se producirá a pesar del error.

#### EL METODO SIMPLEX MODIFICADO

Se han descrito varias limitaciones del método Simplex entre las que cabe destacar como fundamental que la elección del valor  $\alpha$  (ec. 4) al principio de la optimación condiciona la velocidad de progreso a lo largo de todo el procedimiento y la precisión de la localización del óptimo al final del mismo, lo que le confiere cierta rigidez. Nelder y Mead (20) introdujeron una variación en el método (método Simplex modificado) que le permite aumentar o disminuir el alcance de cada movimiento dependiendo de los resultados que se vayan obteniendo.

Las reglas de progresión y de finalización quedan sustituidas, en el nuevo método, por las siguientes (20, 21, 24):

1. Las coordenadas del nuevo vértice se calculan mediante:

$$V_i^* = C + \alpha (C - V_i) \quad (7)$$

dando a  $\alpha$  el valor 1, con lo que se realizará una reflexión normal obteniéndose el simétrico de  $V_i$  (punto A de la Fig. 2) del mismo modo que con la ecuación 5.

2. Si la respuesta en A se sitúa entre la mejor (punto M de la Fig. 2) y la segunda peor (punto S de la Fig. 2), el nuevo simplex será el formado por los puntos retenidos más el A (igual que el método no modificado).

3. Si la respuesta en A es mejor que todas las demás, lo que indica que nos movemos en la dirección adecuada, expandir el simplex haciendo  $\alpha > 1$  (normalmente  $\alpha = 2$ ) con lo que se obtendría el punto B de la Fig. 2.

3.1. Si la respuesta en B es mejor que en A, el nuevo simplex será el formado por los puntos retenidos más el B.

3.2. Si la respuesta en B no es mejor que en A, el nuevo simplex será el formado por los puntos retenidos más el A (de nuevo igual que en el método no modificado).

4. Si la respuesta en A es peor que la segunda peor, lo que indica un movimiento no satisfactorio, contraer el simplex haciendo  $\alpha < 1$ . Esto ocurrirá normalmente en las cercanías del óptimo.

4.1. Si la respuesta en A no es peor que en  $V_i$ , hacer una contracción con  $0 < \alpha < 1$  (normalmente  $\alpha = 0.5$ ), con lo que se obtendría el punto C de la Fig. 2. El nuevo simplex será MSC.

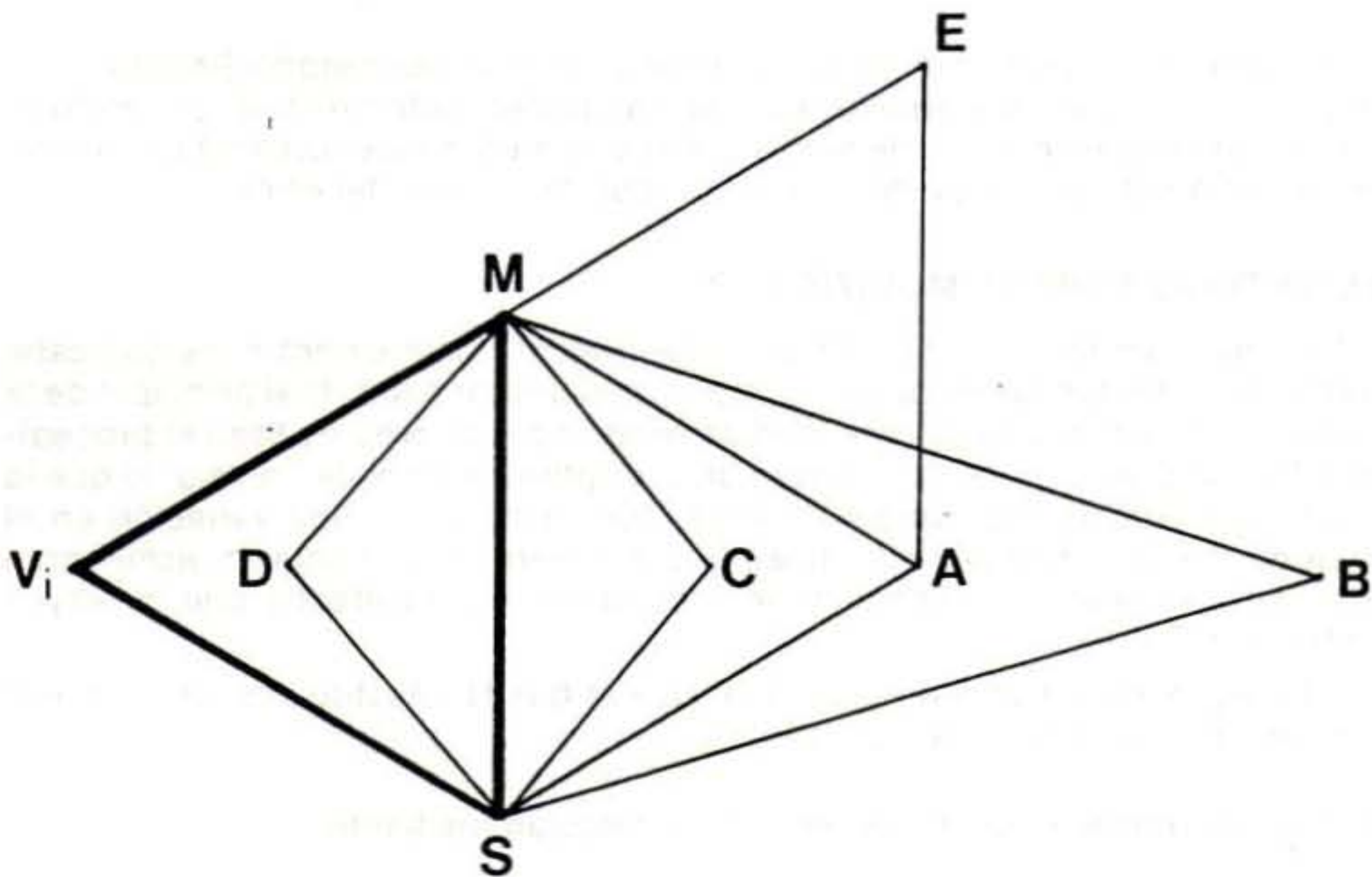


Fig. 2. Método Simplex modificado. Simplex inicial:  $V_i$ , peor vértice;  $S$ , segundo peor vértice;  $M$ , mejor vértice;  $A$ , reflexión;  $B$ , expansión;  $C$ , contracción;  $D$ , contracción negativa;  $E$ , cambio de dirección.

4.2. Si la respuesta en A es peor que en  $V_i$ , hacer una contracción negativa, con  $-1 < \alpha < 0$  (normalmente  $\alpha = -0.5$ ), obteniéndose el punto de la Fig. 2. El nuevo simplex será MSD. Esta misma regla se aplicaría cuando se produjeran violaciones de frontera, puesto que se asignaría la peor respuesta.

5. Si la respuesta en C es peor que en A o la respuesta en D es peor que en  $V_i$ , la contracción no ha tenido éxito, en cuyo caso se debe modificar la dirección del movimiento rechazando el segundo peor vértice (S en el simplex MSA). Se llegaría así al punto E de la Fig. 2.

6. Continuar hasta que el tamaño del paso sea menor que una cantidad predefinida (por ej.: 1% del intervalo de cada variable). De esta manera tendremos una idea precisa de cuándo finalizar la optimización fijando a voluntad la precisión en las variables que nos interese.

Es evidente la superior flexibilidad del método modificado permitiendo acelerar o retardar la progresión según convenga. De la Fig. 2 se deduce inmediatamente la pérdida de la regularidad del simplex, lo que, como ya se indicó, no es esencial.

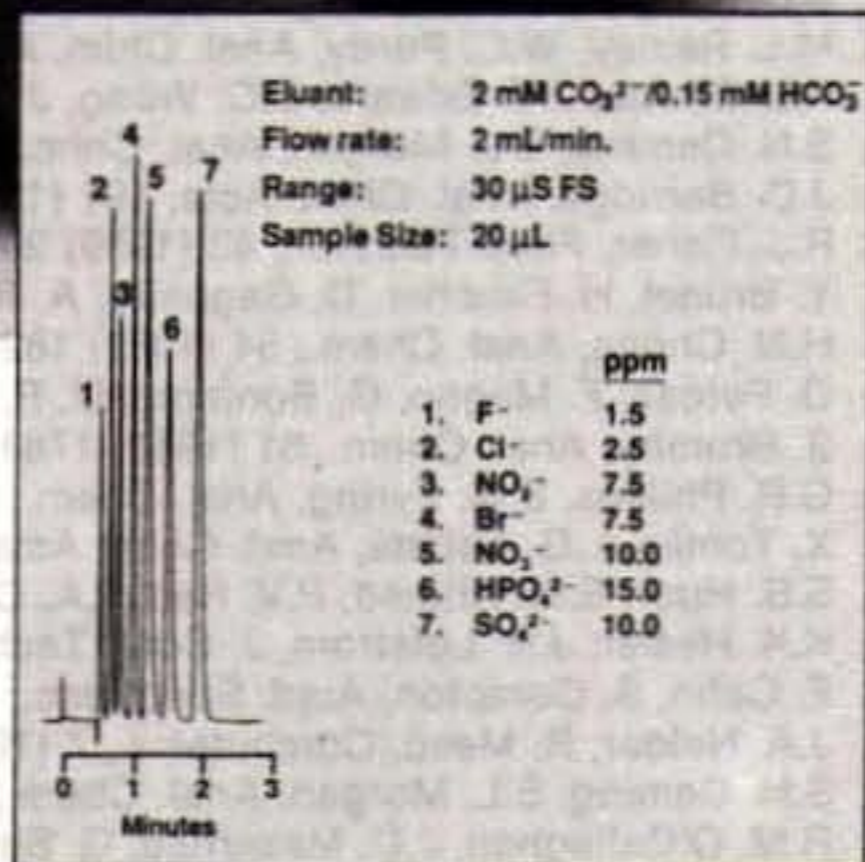
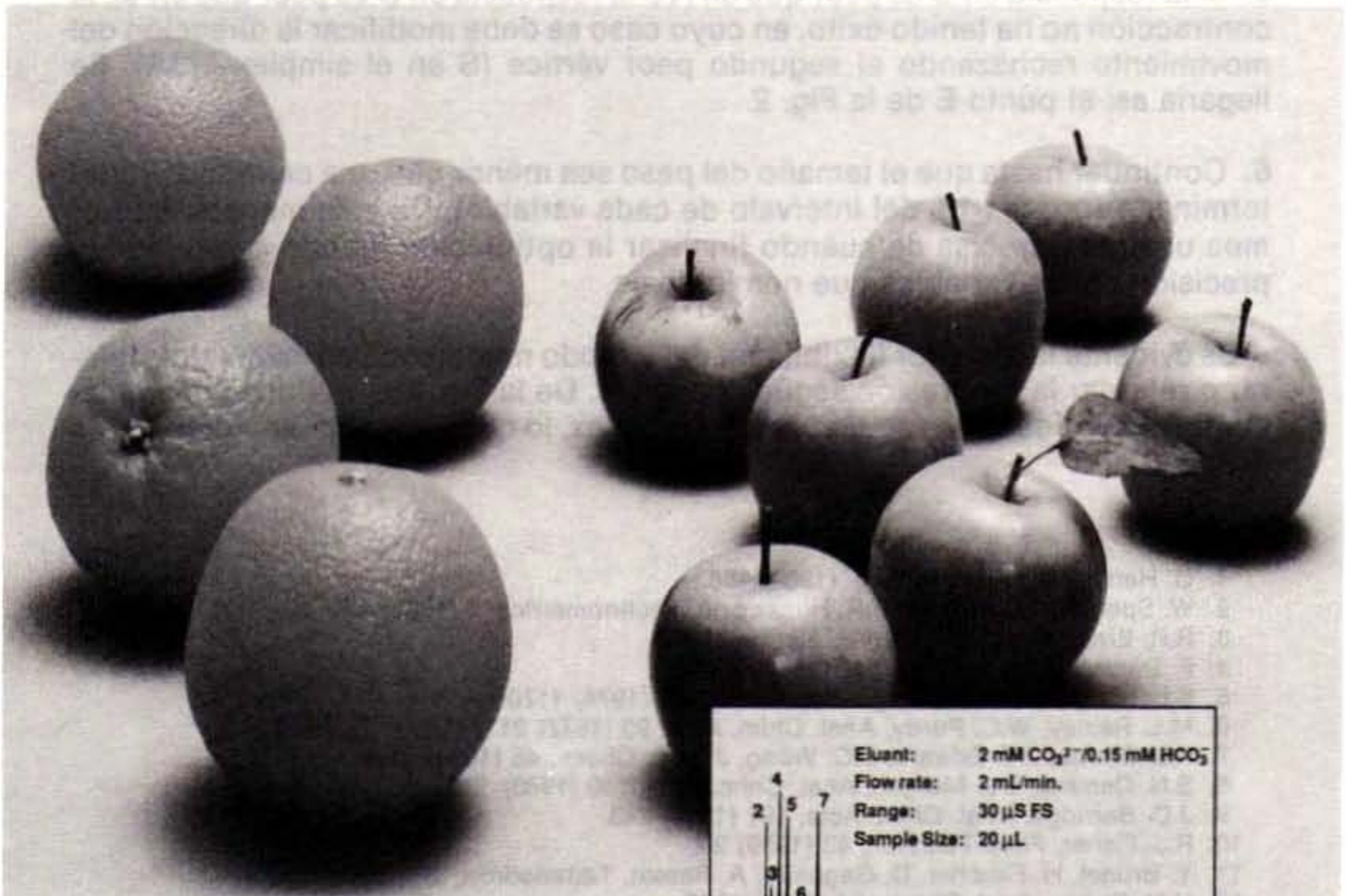
#### BIBLIOGRAFIA

1. C. Hendrix, Chemtech, Aug. (1980) 488.
2. W. Spendley, G.R. Hext, F.R. Himsworth, Technometrics, 4 (1962) 441.
3. R.R. Ernst, Rev. Sci. Instrum., 39 (1968) 998.
4. F. Darvas, J. Med. Chem., 17 (1974) 799.
5. S.L. Morgan, S.N. Deming, Anal. Chem., 46 (1974) 1170.
6. M.L. Rainey, W.C. Purdy, Anal. Chim. Acta, 93 (1977) 211.
7. F.L. Chubb, J.T. Edward, S.C. Wong, J. Org. Chem., 45 (1980) 2315.
8. S.N. Deming, S.L. Morgan, Anal. Chim. Acta, 150 (1983) 183.
9. J.C. Berridge, Anal. Chim. Acta, 191 (1986) 243.
10. R.J. Fisher, Food Technol., 43 (1989) 90.
11. Y. Brunel, H. Faucher, D. Gagnaire, A. Rassat, Tetrahedron, 31 (1975) 1075.
12. H.N. Cheng, Anal. Chem., 54 (1982) 1828.
13. D. Perosa, F. Magno, G. Bontempelli, P. Pastore, Anal. Chim. Acta, 191 (1986) 377.
14. S. Brumby, Anal. Chem., 61 (1989) 1783.
15. G.R. Phillips, E.M. Eyring, Anal. Chem., 61 (1989) 1787.
16. X. Tomàs, L.G. Sabaté, Anal. Chim. Acta, 191 (1986) 439.
17. S.S. Huor, E.M. Ahmed, P.V. Rao, J.A. Cornell, J. Food. Sci., 45 (1980) 809.
18. K.K. Hesler, J.R. Lofstrom, J. Coat. Technol., 53 (1981) 33.
19. F. Cahn, S. Compton, Appl. Spectrosc., 42 (1988) 865.
20. J.A. Nelder, R. Mead, Computer J., 7 (1965) 308.
21. S.N. Deming, S.L. Morgan, Anal. Chem., 45 (1973) 278 A.
22. R.M. O'Callaghan, J.D. Masarnau, G. Benaroya, Chim. Indust.-Génie Chim., 98 (1967) 1400.
23. R.D. Gilliom, W.P. Purcell, T.R. Bosin, Eur. J. Med. Chem., 12 (1977) 187.

\* \* \*

# CROMATOGRAFIA IONICA

**DIONEX**



**DIONEX**

LA  
COMPARACION  
NO  
ES POSIBLE

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

 **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



# Aplicación del método Simplex a la optimización de técnicas cromatográficas.

## II. Programas de cálculo y ejemplo práctico

*J. Tabera, G.P. Blanch*

*Instituto de Fermentaciones Industriales (C.S.I.C.). Juan de la Cierva, 3.  
28006 Madrid*

### INTRODUCCION

En un artículo anterior (1) se expuso la importancia de los métodos de optimización empírica en cromatografía y se desarrollaron los fundamentos y la teoría del método Simplex o de optimización autodirigida. En este artículo se presentan dos programas de cálculo para dicho método y un ejemplo práctico de optimización de una técnica cromatográfica.

### PROGRAMAS DE CALCULO

En el anexo I se incluyen los listados de dos programas codificados en lenguaje GW BASIC (BASICA) para realizar todos los cálculos necesarios en el método Simplex (normal y modificado).

El primer programa (SIMPLEX1) realiza los cálculos correspondientes al diseño simplex inicial. Introduciendo por teclado el número de variables, se calcula e imprime la matriz de coordenadas matemáticas del simplex inicial (ec. 1) (los símbolos y ecuaciones que se indiquen a partir de ahora se refieren a los aparecidos en el primer artículo (1)). Posteriormente se solicita del operador el valor  $e$  y el nombre, símbolo, unidades, valores mínimo, máximo y origen para cada variable (ec. 4), tras lo cual se calcula e imprime la matriz de coordenadas físicas. Finalmente se almacenan en un fichero de datos de acceso secuencial los valores  $k$  y  $e$  del diseño, el símbolo,  $x_1$ ,  $x_2$  y  $x_0$  de cada variable y las coordenadas matemáticas del simplex inicial. A este fichero se le asigna el nombre del diseño solicitado al operador al principio del programa.

El segundo programa (SIMPLEX2) realiza los cálculos correspondientes al movimiento a través de los simplex sucesivos. Opera sobre el fichero de datos creado por el programa anterior y a diferencia de él, que se ejecuta una sola vez para cada optimización, éste debe ejecutarse cada vez que se realice un movimiento. Primeramente solicita el nombre del diseño para identificar el fichero de datos y luego el número de orden del movimiento a realizar, que necesita para dimensionar la matriz de coordenadas y el vector de índices de fila, que han de ser actualizados. A continuación abre el fichero de datos, lee su contenido y solicita los vértices a conservar y el vértice a rechazar así como el valor de  $\alpha$  según se desee hacer reflexión, expansión, contracción o contracción negativa del simplex. Calculadas las coordenadas matemáticas del nuevo vértice se actualiza con ellas el fichero de datos y se calculan las coordenadas físicas. Finalmente se imprime el informe del movimiento: número de orden, vértices conservados, vértice rechazado, composición del nuevo simplex, valor de  $\alpha$  y coordenadas matemáticas y físicas del nuevo vértice.

## EJEMPLO DE APLICACION

Se pretendía mejorar el análisis por cromatografía de gases de los volátiles presentes en el espacio de cabeza (2) de un mosto de uva. La técnica a optimar era la inyección de dicho espacio de cabeza, haciendo burbujear un gas inerte en el mosto (3-5). Las variables estudiadas fueron: flujo de gas de arrastre, tiempo de paso del gas de arrastre, volumen del espacio de cabeza y temperatura del mosto; sus símbolos, unidades, valores máximos y mínimos y orígenes se recogen en la salida impresa del programa SIMPLEX1 utilizado en esta optimación (Anexo II), donde también aparecen los valores de  $k$  y  $e$  empleados y las matrices de coordenadas matemáticas y físicas. La interpretación de la matriz de coordenadas físicas es obvia: cada experiencia se hará dando a cada variable el valor que le corresponde en su fila. Así, la exp. 1 se hará a 8 ml/min de flujo de gas de arrastre, 15 min de tiempo de paso de gas de arrastre, 100 ml de volumen de espacio de cabeza y 55 °C de temperatura del mosto. Se pretendía encontrar las condiciones experimentales en las que se obtuviera el máximo de información, por lo que se estableció como objetivo conseguir el máximo número y área de picos posible en el cromatograma. Se utilizó como respuesta la suma total de áreas. En la Tabla I se recogen las respuestas para cada experiencia. Los valores consignados en la misma son la media de la suma total de áreas de dos cromatogramas realizados en idénticas condiciones.

Tabla I. Respuestas obtenidas<sup>a</sup> en las experiencias de optimación

Experiencia	Area/10 <sup>3</sup> (u.a.)	Experiencia	Area/10 <sup>3</sup> (u.a.)
1	488.63	10	2785.80
2	619.97	11	1740.16
3	1012.94	12	3290.54
4	580.17	13 <sup>b</sup>	—
5	892.84	14 <sup>b</sup>	—
6	1616.56	15 <sup>b</sup>	—
7	1501.16	16 <sup>b</sup>	—
8	1813.13	17 <sup>b</sup>	—
9	1665.47		

<sup>a</sup> Media de la suma de áreas de dos cromatogramas.

<sup>b</sup> Experiencias no realizadas por violación de frontera.

En el Anexo III se recogen las salidas a la impresora del programa SIMPLEX2, ejecutado una vez por cada movimiento, usando el método no modificado y el fichero de datos CTADIC89 generado con el programa anterior. La información incluida es suficientemente explícita como para no precisar mayores aclaraciones. Por supuesto, el vértice despreciado en cada caso fue el que dio lugar al cromatograma de menor área (Tabla I). Obsérvese que en las experiencias 9, 11, 12, 15 y 16 se producen violaciones de frontera en la variable tiempo de paso de gas de arrastre, de las que hemos hecho caso omiso por considerarlas irrelevantes. No ha sido éste el caso de las experiencias 13 a 17, en que se produce una violación de frontera en la variable temperatura en su límite supe-

rior, a la que hemos concedido importancia por el posible peligro de alteración térmica del mosto. A partir de ensayos previos conducentes a comprobar la máxima temperatura tolerable en nuestro sistema sin que se produjeran alteraciones en el cromatograma, decidimos no superar en ningún caso el límite superior del intervalo. De acuerdo con esto y con la regla de progresión a usar cuando se producen violaciones de frontera, dichas experiencias fueron desestimadas sin llegar a efectuarlas.

El vértice 13 se obtuvo en el movimiento número 8 al despreciar el 9, el peor de su simplex ( $S_7$ ). En dicho vértice se produce violación de frontera inadmisibles en la variable temperatura, por lo que no se lleva a cabo, asignándole la peor respuesta. No obstante no se puede rechazar ese vértice 13 pues de nuevo se obtendría el 9. De acuerdo con el apartado 3.3 de las reglas de progresión (1), se rechaza el segundo peor vértice en el nuevo simplex, es decir, el 11 en  $S_8$ . Se obtiene así el vértice 14 en el que se produce una nueva violación de frontera en la variable temperatura.

Después de dos movimientos sin obtener mejoras en la respuesta se puede considerar que se ha alcanzado la zona de óptimo. No obstante se realizaron aún, a efectos de comprobación, los movimientos números 10, 11 y 12, resultando de todos ellos sendas violaciones de frontera en la temperatura (vértices 15, 16 y 17). Esto indica claramente una tendencia a temperaturas más altas, donde se producen más picos, tendencia que no se puede seguir, pues por encima de 80 °C parte de los mismos se deberán a alteraciones. Obsérvese además que, a partir del movimiento número 8, cada vez se van conservando más vértices inaceptables mientras se rechazan vértices mejores que ellos, lo que va en contra de la filosofía del método. Está pues plenamente justificada en este caso la parada después del segundo movimiento sin mejora.

Como puede verse en la Tabla I, las mejores condiciones son las de la experiencia número 12, que supone una mejora en área de casi 7 veces respecto a las condiciones iniciales. Destaquemos que esa mejora se ha obtenido realizando, con 4 variables, solamente 14 experiencias.

## BIBLIOGRAFIA

1. J. Tabera, CTA 10 (1989) 139.
2. A.J. Núñez, L.F. González, J. Janák, J. Chromatogr., 300 (1984) 127.
3. C.C. Chen, M.C. Kuo, L.S. Hwang, J. Swi-Bea Wu, C.M. Wu, J. Agric. Food. Chem., 30 (1982) 1211.
4. A.J. Núñez, H. Maarse, Chromatographia, 21 (1986) 44.
5. G.R. Takeoka, R.A. Flath, M. Güntert, W. Jennings, J. Agric. Food. Chem., 36 (1988) 553.

## ANEXO I

```

10 REM *****
20 REM *   PROGRAMA   SIMPLEX1   *
30 REM *****
40 INPUT "SALIDA A IMPRESORA (S/N)";R$
50 INPUT "NOMBRE DISEÑO";N$
60 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT N$
70 REM *****
80 REM *   CALCULO E IMPRESION DE LAS COORDENADAS MATEMATICAS   *
90 REM *****
100 INPUT "NO. VARIABLES";K

```

```

110 DIM XM(K+1,K),XF(K+1,K),X1(K),X2(K),O(K),XN$(K),XS$(K),XU$(K)
120 P=(1/(K*SQR(2)))*((K-1)+SQR(K+1))
130 Q=(1/(K*SQR(2)))*(SQR(K+1)-1)
140 PRINT:PRINT
150 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT:LPRINT:LPRINT
160 PRINT "COORDENADAS MATEMATICAS (K=";K;")"
170 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT "COORDENADAS MATEMATICAS (K=";K;")"
180 PRINT:PRINT
190 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT
200 FOR I=1 TO K+1
210 PRINT TAB(0) I;
220 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(0) I;
230 FOR J=1 TO K
240 IF I=1 THEN XM(I,J)=0:GOTO 270
250 IF I<>1 AND J=I-1 THEN XM(I,J)=P:GOTO 270
260 XM(I,J)=Q
270 PRINT TAB(J*12) XM(I,J);
280 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(J*12) XM(I,J);
290 NEXT J
300 NEXT I
310 REM *****
320 REM * DEFINICION DEL CAMPO EXPERIMENTAL Y DEL ORIGEN *
330 REM *****
340 PRINT:PRINT:INPUT "E";E
350 PRINT:PRINT:PRINT:PRINT "CAMPO EXPERIMENTAL":PRINT
360 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT:LPRINT:LPRINT:LPRINT "CAMPO EXPERIMENTAL":LP
PRINT
370 PRINT TAB(0) "VARIABLE";TAB(40) "V. MIN.";TAB(50) "V. MAX.";TAB(60) "ORIGEN"
380 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(0) "VARIABLE";TAB(40) "V. MIN.";TAB(50)
"V. MAX.";TAB(60) "ORIGEN"
390 FOR J=1 TO K
400 PRINT "VARIABLE ";J
410 INPUT "NOMBRE";XN$(J)
420 INPUT "SIMBOLO";XS$(J)
430 INPUT "UNIDADES";XU$(J)
440 INPUT "VALOR MIN.";X1(J)
450 INPUT "VALOR MAX.";X2(J)
460 INPUT "ORIGEN";O(J)
470 PRINT TAB(0) XN$(J);" ";XS$(J);"(";XU$(J);")";TAB(40) X1(J);TAB(50) X2(J);T
AB(60) O(J)
480 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(0) XN$(J);" ";XS$(J);"(";XU$(J);")";TAB
(40) X1(J);TAB(50) X2(J);TAB(60) O(J)
490 NEXT J

500 REM *****
510 REM * CALCULO E IMPRESION DE LAS COORDENADAS FISICAS *
520 REM *****
530 PRINT "COORDENADAS FISICAS (E=";E;")"
540 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT:LPRINT:LPRINT "COORDENADAS FISICAS (E=";E;")"
"

550 PRINT:IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT
560 PRINT TAB(0) "EXP.";
570 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(0) "EXP.";
580 FOR J=1 TO K
590 PRINT TAB(1+J*12) XS$(J);
600 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(1+J*12) XS$(J);
610 NEXT J
620 FOR I=1 TO K+1
630 PRINT TAB(0) I;
640 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(0) I;
650 FOR J=1 TO K
660 XF(I,J)=O(J)+XM(I,J)*(X2(J)-X1(J))/E
670 PRINT TAB(J*12) XF(I,J);
680 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(J*12) XF(I,J);
690 NEXT J
700 NEXT I
710 REM *****
720 REM * ALMACENAMIENTO EN FICHERO DE DATOS DE ACCESO SECUENCIAL *
730 REM *****
740 OPEN N$ FOR OUTPUT AS R1
750 WRITE R1,K,E
760 FOR J=1 TO K

```

```

770 WRITE R1,XS$(J),X1(J),X2(J),O(J)
780 NEXT J
790 FOR I=1 TO K+1
800 FOR J=1 TO K
810 WRITE R1,XM(I,J)
820 NEXT J
830 NEXT I
840 CLOSE R1
850 END

```

\* \* \*

```

10 REM .....
20 REM * PROGRAMA SIMPLEX2 *
30 REM .....
40 INPUT "SALIDA A LA IMPRESORA (S/N)";R$
50 INPUT "NOMBRE DEL DISEÑO";N$
60 INPUT "MOVIMIENTO NO.";M
70 REM .....
80 REM * LECTURA DEL FICHERO DE ACCESO SECUENCIAL Y *
90 REM * ENTRADA DE DATOS PARA EFECTUAR MOVIMIENTO *
100 REM .....
110 OPEN N$ FOR INPUT AS R1
120 INPUT R1,K,E
130 DIM XS$(K),X1(K),X2(K),O(K),XM(K+M,K),XF(K),V(K+M),SXM(K),P(K),R(K)
140 FOR J=1 TO K
150 INPUT R1,XS$(J),X1(J),X2(J),O(J)
160 NEXT J
170 FOR L=1 TO K
180 INPUT "CONSERVAR VERTICE";V(L)
190 NEXT L
200 V(K+M)=2.6229
210 INPUT "RECHAZAR VERTICE";W
220 INPUT "VALOR ALFA";ALFA
230 FOR J=1 TO K:SXM(J)=0:NEXT J
240 FOR I=1 TO K+M
250 FOR J=1 TO K
260 INPUT R1,XM(I,J)
270 NEXT J
280 NEXT I
290 CLOSE R1
300 REM .....
310 REM * CALCULO DE LAS COORDENADAS DE NUEVO *
320 REM * VERTICE Y ACTUALIZACION DEL FICHERO *
330 REM .....
340 FOR L=1 TO K
350 FOR I=1 TO K+M
360 FOR J=1 TO K
370 IF I<>V(L) GOTO 390
380 SXM(J)=SXM(J)+XM(I,J)
390 NEXT J
400 NEXT I
410 NEXT L
420 OPEN N$ FOR APPEND AS R1
430 FOR J=1 TO K
440 P(J)=SXM(J)/K
450 R(J)=P(J)+ALFA*(P(J)-XM(W,J))
460 WRITE R1,R(J)
470 XF(J)=O(J)+R(J)*(X2(J)-X1(J))/E
480 NEXT J
490 CLOSE R1
500 PRINT:PRINT:PRINT
510 REM .....
520 REM * IMPRESION DEL INFORME DEL MOVIMIENTO *
530 REM .....
540 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT:LPRINT:LPRINT
550 PRINT N$

```

```

560 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT N$
570 PRINT "MOVIMIENTO NO.";M
580 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT "MOVIMIENTO NO.";M
590 PRINT "VERTICES CONSERVADOS";
600 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT "VERTICES CONSERVADOS";
610 FOR I=1 TO K
620 PRINT V(I);" ";
630 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT V(I);" ";
640 NEXT I
650 PRINT "VERTICE RECHAZADO";W
660 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT "VERTICE RECHAZADO";W
670 PRINT "SIMPLEX";M;". VERTICES:";
680 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT "SIMPLEX";M;". VERTICES:";
690 FOR I=1 TO K
700 PRINT V(I);" ";
710 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT V(I);" ";
720 NEXT I
730 PRINT K+M+1
740 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT K+M+1
750 PRINT "VALOR ALFA=";ALFA
760 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT "VALOR ALFA=";ALFA
770 PRINT:PRINT
780 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT:LPRINT
790 PRINT "COORDENADAS MATEMATICAS (K=";K;")"
800 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT "COORDENADAS MATEMATICAS (K=";K;")"
810 PRINT
820 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT
830 PRINT TAB(0) K+M+1;
840 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(0) K+M+1;
850 FOR J=1 TO K
860 PRINT TAB(J*12) R(J);
870 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(J*12) R(J);
880 NEXT J
890 PRINT:PRINT
900 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT:LPRINT
910 PRINT "COORDENADAS FISICAS (E=";E;")"
920 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT "COORDENADAS FISICAS (E=";E;")"
930 PRINT
940 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT
950 PRINT TAB(0) "EXP.";
960 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(0) "EXP.";
970 FOR J=1 TO K
980 PRINT TAB(1+J*12) XS$(J);
990 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(1+J*12) XS$(J);
1000 NEXT J
1010 PRINT TAB(0) K+M+1;
1020 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(0) K+M+1;
1030 FOR J=1 TO K
1040 PRINT TAB(J*12) XF(J);
1050 IF R$="S" OR R$="s" THEN LPRINT TAB(J*12) XF(J);
1060 NEXT J
1070 END

```

Nota: El símbolo R corresponde a  $\neq$ .  
Puede incluirse en N\$ el especificador de unidad  
(por ejemplo, A:CTADIC89)

Los autores proporcionarán el programa a quienes estén interesados en el mismo. Para ello deben enviarles un diskette 5 1/4".

## ANEXO II

CTADIC89

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

1	0	0	0	0
2	.9256147	.218508	.218508	.218508
3	.218508	.9256147	.218508	.218508
4	.218508	.218508	.9256147	.218508
5	.218508	.218508	.218508	.9256147

CAMPO EXPERIMENTAL

VARIABLE	V. MIN.	V. MAX.	ORIGEN
FLUJO GAS ARRASTRE F (ML/MIN)	1	15	8
TIEMPO ARRASTRE t (MIN)	1	30	15
VOL. ESP. CABEZA V (ML)	50	150	100
TEMPERATURA T (°C)	30	80	55

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP.	F	t	V	T
1	8	15	100	55
2	12.31954	17.11224	107.2836	58.6418
3	9.019704	23.94761	107.2836	58.6418
4	9.019704	17.11224	130.8538	58.6418
5	9.019704	17.11224	107.2836	70.42691

## ANEXO III

CTADIC89

MOVIMIENTO NO. 1

VERTICES CONSERVADOS 2 3 4 5 VERTICE RECHAZADO 1

SIMPLEX 1 . VERTICES: 2 3 4 5 6

VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

6	.7905694	.7905694	.7905694	.7905694
---	----------	----------	----------	----------

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP.	F	t	V	T
6	11.68932	22.64217	126.3523	68.17616

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 2  
 VERTICES CONSERVADOS 2 3 5 6 VERTICE RECHAZADO 4  
 SIMPLEX 2 . VERTICES: 2 3 5 6 7  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

7 .8580921 .8580921 -.202568 .8580921

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 7 12.00443 23.29489 93.24773 69.30154

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 3  
 VERTICES CONSERVADOS 3 5 6 7 VERTICE RECHAZADO 2  
 SIMPLEX 3 . VERTICES: 3 5 6 7 8  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

8 .1172241 1.177884 .2940008 1.177884

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 8 8.547046 26.38621 109.8 74.6314

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 4  
 VERTICES CONSERVADOS 3 6 7 8 VERTICE RECHAZADO 5  
 SIMPLEX 4 . VERTICES: 3 6 7 8 9  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

9 .7736889 1.657572 .3317471 .596912

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 9 11.61055 31.0232 111.0582 64.94853



CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 5  
 VERTICES CONSERVADOS 6 7 8 9 VERTICE RECHAZADO 3  
 SIMPLEX 5 . VERTICES: 6 7 8 9 10  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

10 1.051279 1.316444 .3883667 1.493221

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 10 12.90597 27.72563 112.9456 79.88702

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 6  
 VERTICES CONSERVADOS 6 8 9 10 VERTICE RECHAZADO 7  
 SIMPLEX 6 . VERTICES: 6 8 9 10 11  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

11 .5082886 1.613143 1.10491 1.171201

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 11 10.37201 30.59371 136.8303 74.52002

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 7  
 VERTICES CONSERVADOS 8 9 10 11 VERTICE RECHAZADO 6  
 SIMPLEX 7 . VERTICES: 8 9 10 11 12  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

12 .4346708 2.091952 .268943 1.42904

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 12 10.02846 35.2222 108.9648 78.81733

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 8  
 VERTICES CONSERVADOS 8 10 11 12 VERTICE RECHAZADO 9  
 SIMPLEX 8 . VERTICES: 8 10 11 12 13  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

13 .2820424 1.442139 .6963631 2.038761

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 13 9.316198 28.94068 123.2121 88.97936

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 9  
 VERTICES CONSERVADOS 8 10 12 13 VERTICE RECHAZADO 11  
 SIMPLEX 9 . VERTICES: 8 10 12 13 14  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

14 .4343195 1.401067 -.2810732 1.898252

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 14 10.02682 28.54365 90.63089 86.63752

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 10  
 VERTICES CONSERVADOS 10 12 13 14 VERTICE RECHAZADO 8  
 SIMPLEX 10 . VERTICES: 10 12 13 14 15  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

15 .9839317 1.947917 .242299 2.251753

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP. F t V T  
 15 12.59168 33.82987 108.0766 92.52922

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 11  
 VERTICES CONSERVADOS 12 13 14 15 VERTICE RECHAZADO 10  
 SIMPLEX 11 . VERTICES: 12 13 14 15 16  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

16	1.620328E-02	2.125094	7.489926E-02	2.315682
----	--------------	----------	--------------	----------

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP.	F	t	V	T
16	8.075615	35.54257	102.4966	93.59469

CTADIC89  
 MOVIMIENTO NO. 12  
 VERTICES CONSERVADOS 13 14 15 16 VERTICE RECHAZADO 12  
 SIMPLEX 12 . VERTICES: 13 14 15 16 17  
 VALOR ALFA= 1

COORDENADAS MATEMATICAS (K= 4 )

17	.4235776	1.366156	9.730107E-02	2.823184
----	----------	----------	--------------	----------

COORDENADAS FISICAS (E= 3 )

EXP.	F	t	V	T
17	9.976696	28.20618	103.2434	102.0531

**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

### **CONSULTENOS EN DELEGACIONES DE:**

**Barcelona:** 425 01 00; **Bilbao:** 476 13 50; **Gijón:** 35 67 46; **Granada:** 28 07 50;  
**Las Palmas:** 24 21 49; **Madrid:** 653 71 99; **Murcia:** 29 87 11; **La Laguna:** 65 01 12;  
**Santiago de Compostela:** 58 28 00; **Sevilla:** 36 41 66; **Valencia:** 347 66 65;  
**Zaragoza:** 77 17 14

# Técnicas cromatográficas aplicadas a la detección de alteraciones en productos cárnicos

*M.E. Marín, A.V. Carrascosa e I. Cornejo  
Instituto de Fermentaciones Industriales (C.S.I.C.). Juan de la Cierva, 3.  
28006 Madrid*

## RESUMEN

En este artículo se pretende dar una idea general de las técnicas cromatográficas que se están empleando en los últimos años para la detección de alteraciones en productos cárnicos. Cromatografía de gases y HPLC son las más empleadas para el análisis de los compuestos responsables de malos olores, así como, para el estudio del velo blanco en carnes curadas envasadas al vacío.

## INTRODUCCION

La carne fresca constituye un excelente medio de cultivo debido a su contenido en cantidades adecuadas y en forma utilizable de todos los elementos nutritivos necesarios para el crecimiento de bacterias, mohos y levaduras. En consecuencia, el crecimiento microbiano es la principal causa de alteración de la carne.

La alteración microbiana puede definirse como el estado al que se llega cuando las características de la carne están tan cambiadas por el crecimiento y las actividades metabólicas de los microorganismos, como para hacerla no adecuada para el consumo humano. Tal estado puede ser percibido por el aspecto, olor, sabor y tacto.

Las alteraciones que se presentan habitualmente en los productos cárnicos dependen del estado higiénico-sanitario de la materia prima, del método de procesado, conservación y de comercialización. Entre ellas, las más frecuentes son la putrefacción, agriado, aparición de olores sexuales, olores extraños y el desarrollo de un velo blanco en carnes curadas envasadas al vacío. En la putrefacción tiene lugar la descomposición de las proteínas con la consiguiente formación de los productos típicos de putrefacción: ácido sulfhídrico ( $\text{SH}_2$ ), metanotiol ( $\text{CH}_3\text{SH}$ ), indol, escatol, aminas biógenas, amoníaco, etc. En el agriado se presenta un sabor y olor ácidos causados por los ácidos fórmico, acético, butírico, propiónico, ácidos de cadena más larga y otros ácidos orgánicos.

La aparición de olores sexuales, debida a la presencia de androsterona, escatol e indol, es un problema importante en la industria de la carne ya que pueden hacer inaceptables los productos cárnicos para el consumo.

En los últimos años se trabaja sobre la puesta a punto de métodos rápidos y precisos para la detección de alteraciones en productos cárnicos

En este trabajo se revisan los métodos analíticos que se emplean para la determinación y cuantificación de los compuestos responsables de malos olores en productos cárnicos alterados, de los compuestos responsables de olores sexuales en carne de cerdo y métodos para determinar la composición del velo blanco en carnes curadas envasadas al vacío.

## METODOS PARA LA DETERMINACION Y CUANTIFICACION DE COMPUESTOS RESPONSABLES DE MALOS OLORES EN PRODUCTOS CARNICOS ALTERADOS

### Compuestos azufrados

La identificación de estos compuestos se realiza por cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas.

En lonchas de bacon alteradas envasadas al vacío se detectó "olor a repollo" (1) identificándose como compuesto responsable el metanotiol ( $\text{CH}_3\text{SH}$ ). El metanotiol se produce por la actividad metabólica de *Proteus inconstans* (Fig. 1). Como causa de esta alteración se consideró la interrupción de la cadena de frío en los meses de verano con el consiguiente aumento de las temperaturas de almacenado.

Los productos volátiles finales del crecimiento microbiano son los principales componentes de los malos olores. Por concentración del espacio de cabeza utilizando trampas de polímeros porosos y posterior análisis por cromatografía gaseosa acoplada a un espectrómetro de masas se identificaron compuestos azufrados en carne de vacuno refrigerada almacenada en aerobiosis (2). Cuando el recuento total de bacterias aerobias mesófilas, era superior a  $5 \times 10^9/\text{g}$ , la carne presentaba aspecto de estar alterada con un olor pútrido.

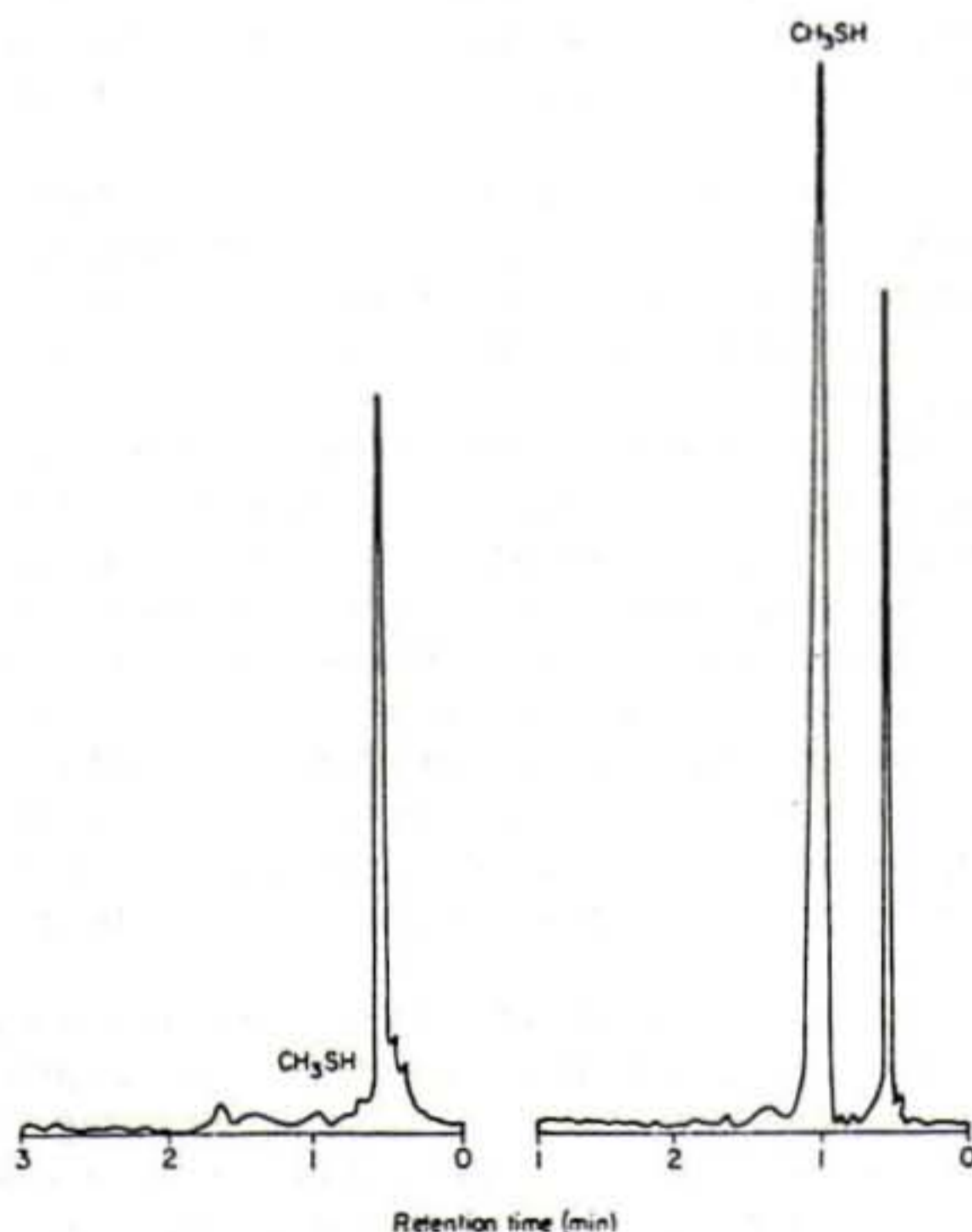


Fig. 1. Trazas de los análisis gas cromatográficos de olores de espacio de cabeza a partir de a/bacon envasado al vacío control y b/bacon inoculado con *Proteus inconstans*. [Columna 1:5% SE 30 sobre Chromosorb G (40<sup>o</sup>). Columna 2:15% Ucon LB 550X sobre Chromosorb W (25<sup>o</sup>). Gas portador argón 60 ml/min.]

Los malos olores detectados en salchichas inoculadas con lactobacilos han sido atribuidos a mercaptanos y sulfuros (3). Igualmente en carne alterada que presentaba olor gatuno "catty odour" se identificó el 4-mercapto-4-metil-pentan-2-ona como responsable del mismo (4). El producto de reacción del óxido de mesitilo con SH<sub>2</sub> tiene olor gatuno "catty odour" y corresponde al olor gatuno aislado de la carne alterada.

### **Esteroles, ácidos, grasos, alcoholes, compuestos carbonílicos y aminas**

En investigaciones sobre la maduración mefítica del embutido y sobre anomalías del jamón curado italiano (5, 6, 7, 8 y 9) se detectaron concentraciones apreciables de compuestos carbonílicos, ácidos grasos volátiles y no volátiles y de aminas.

Los procedimientos seguidos para el análisis de dichos compuestos, se resumen a continuación:

#### **Determinación de compuestos carbonílicos**

Se tomaron 100 g y se mezclaron con 300 ml de agua destilada a 3 °C. El homogeneizado acidificado mediante la adición de 3-4 ml de PO<sub>4</sub>H<sub>3</sub> se destiló en corriente de vapor en 50 ml de 2,4 dinitrofenilhidrazina al 6% en ClH 6N. La fenilhidrazina obtenida, después de 15 días, en reposo se extrajo con benceno. El extracto bencénico, deshidratado con sulfato de sodio anhidro, se desecó en el rotavapor, y así se utilizó para el análisis gas cromatográfico. Los parámetros empleados en estos análisis han sido:

- Columna de polietilenglicol al 10% sobre Chromosorb W, (60:80 mesh.).
- Longitud de la columna 2 m.
- Temperatura de trabajo de la columna: 70 °C, Gradiente 3 °C/min, temperatura final 125 °C.
- Temperatura del inyector y detector: 250 °C.
- Gas Portador N<sub>2</sub> (10 mm/min).

**Determinación de ácidos volátiles y no volátiles:** se realiza según el método descrito por Cantoni et al (9).

#### **Determinación de aminas**

Aislamiento de la amina: 100 g muestra se homogeneizaron en 300 ml HCL 1N. El homogeneizado se destiló en corriente de vapor después de haber sido alcalinizado con NaOH 10%. 100 ml del destilado se recogen en HCl 1N y se obtiene el extracto seco en rotavapor. La amina clorhidrato se eliminó al añadir una solución de KOH al 1% en etanol e inmediatamente se analizó en el cromatógrafo de gases.

Condiciones:

- Columna de Polietilglicol al 20% sobre Chromosorb W lavado con ácido + 5% KOH.
- Longitud de la columna: 4 m.
- Temperatura columna: 39 °C.
- Temperatura del inyector: 110 °C.
- Temperatura del detector: 130 °C.
- Gas portador N<sub>2</sub> (10 mm/min).

Al comparar jamones normales y alterados, se detectaron mayores cantidades de compuestos carbonílicos (acetaldehído, acroleína, metilcetona, isopropil metilcetona, diacetilo, heptaldehído), de ácidos grasos volátiles (ácido propiónico y butírico), de ácidos grasos no volátiles en jamones alterados. La única amina que estaba presente en jamones alterados en cantidades grandes es la etilamina, y en salamis con maduración acre metílica se encontraron mono, di y trimetilaminas.

En una alteración de carne de vacuno envasada al vacío caracterizada por la aparición de un olor a queso y por la presencia de CO<sub>2</sub> se realizó el análisis de los ácidos grasos volátiles producidos por las cepas aisladas en el caldo de cultivo inyectando 2 µl del caldo de cultivo de tres días directamente. Se detectó ácido acético y propiónico según el siguiente procedimiento: Las condiciones de operación fueron las siguientes: Columna Porapak QS (80/120 mesh) + 0,2% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, longitud 2 m, diámetro interior 2 mm, exterior 4 mm, Detector FID, gas portador N<sub>2</sub>: 2,5 Kg/cm<sup>2</sup>; temperatura de la columna 190 °C; temperatura del detector y el inyector 250 °C.

También, en conservas cárnicas alteradas se detectaron metabolitos microbianos por cromatografía de gases (11). Los análisis de gas cromatográficos se realizaron paralelamente a los análisis microbiológicos durante la investigación. Los metabolitos detectados fueron ácidos grasos volátiles (VFA) y en algunos casos alcoholes. Estos análisis demostraron que la alteración había sido causada por microorganismos. Los perfiles VFA de los cultivos de los microorganismos alterantes se correlacionaban bien con aquellos de los productos alterados. En algunos casos los análisis por la técnica de cromatografía de gases proporcionaron información acerca de los microorganismos alternantes (12). Algunos autores proponen el etanol como indicador útil de alteración.

En carne refrigerada de pollo (13) alterada se aislaron cepas de bacterias y se determinaron los perfiles de veinte compuestos orgánicos volátiles mediante cromatografía de gases acoplada a un espectrómetro de masas. En este trabajo se describe la metodología para la preconcentración de las muestras, separación por cromatografía de gases de alta resolución e identificación por espectrometría de masas para el análisis de mezclas complejas de compuestos orgánicos producidos por los microorganismos durante la alteración. Los perfiles cromatográficos resultantes son únicos para cada microorganismo estudiado. El procedimiento es el siguiente:

El agar que contiene el cultivo específico se transfiere a una botella de muestreo de espacio de cabeza. A partir de aquí, se recogen los compuestos orgánicos volátiles sobre 2 mg de Tenax GC. Después de haber tomado de muestra, la precolumna se inserta en el inyector (250 °C) de un cromatógrafo de gases modelo Perkin-Elmer 392013 con una columna capilar (80 m por 0,28 mm ID) de SF-96 como fase estacionaria. La detección selectiva de compuestos que contienen nitrógeno se consiguió utilizando un detector FID y un detector termiónico nitrógeno selectivo y registrando ambas señales simultáneamente.

La identificación de los compuestos se llevó a cabo mediante GC-MS.

Finalmente, en carne de vacuno refrigerada almacenada en aerobiosis (2), cuando los recuentos microbianos pasaban de 10<sup>8</sup>-10<sup>7</sup>/g a 10<sup>9</sup> en tres días aparecía el olor a carne no fresca debido a la acetona, diacetilo, 2-metilpropanol y 3-metil-1-butanol tal y como se determinó por GC-MS. Durante esta primera etapa del almacenado muchos de los compuestos volátiles detectados están relacionados con el crecimiento de **Br. thermosphacta**.



## MÉTODOS PARA LA DETERMINACION Y CUANTIFICACION DE LOS COMPUESTOS RESPONSABLES DE OLORES SEXUALES EN CARNE DE CERDO

Los componentes responsables del olor sexual son el escatol, indol y androsterona. Ambos, indol y escatol (3-metil-indol) son productos con un fuerte olor que proceden del metabolismo del triptófano por la microflora intestinal. Se ha observado que los verracos tienen unos contenidos en escatol superiores a los observados en machos castrados o hembras. El almacenamiento del escatol en la grasa del cerdo es dependiente y variable de la producción de esteroides vesiculares, aunque aún no se ha explicado satisfactoriamente este fenómeno.

La androsterona es un esteroide de origen testicular con un fuerte olor a orina que se almacena en la grasa en concentraciones de 2 ppm.

Se han desarrollado varios métodos gas cromatográficos para identificar y cuantificar 5  $\alpha$ -androst-16-en-3-ona en grasa de cerdo (14, 15). La hormona puede ser analizada como tal o bien puede ser derivatizada con PFBHA.HCL (Pentafluorobencilhidroxilamina) para aumentar su detectabilidad por ECD. Esto permite la manipulación de cantidades más pequeñas de muestra (<0,5 g de grasa). Las fases estacionarias empleadas (BP-1 y OV-101) separan los isómeros *syn* y *anti* de la hormona PFBHA derivatizada.

Hace pocos años se puso a punto un método basado en la extracción selectiva de indol y escatol de los tejidos adiposos seguido de separación gas cromatográfica y detección sensible utilizando un detector nitrógeno/fósforo selectivo (16). Estas sustancias se presentan en cantidades traza (0,025 ppm). El método permite el control rutinario de indol y escatol y ofrece una gran mejoría en cuanto a la extracción, reproducibilidad y sensibilidad en comparación con los métodos analíticos existentes. Consiste en:

Cromatógrafo de gases con detector termiónico nitrógeno específico. Columna de vidrio rellena con 3% SP 2250 sobre Chromosorb W (80-100 mesh). Flujo de nitrógeno (gas portador), 30 ml/min.

Las temperaturas: 300 °C (detector) y 250 °C Inyector Columna: 110 °C isoterma durante 2 min. y se incrementa a 5 °C/min a 220 °C

**Extracción.**—Se realiza una extracción con n-tridecilociclohexano a partir de 10 g de grasa.

La fase residual se diluye en 0,3 ml de isooctano presaturado con metanol-agua destilada (95:5). La fase metanólica se transfiere a un frasco con tapón de rosca cónico y se inyecta 3  $\mu$ l al cromatógrafo de gases.

Para la identificación de índoles en muestras de grasa de cerdo se utilizó GC-MS.

También se ha presentado un método HPLC para la determinación simultánea de escatol e indol sin derivatización (17).

**Extracción.**—Se realiza una extracción en metanol. Los extractos fueron enfriados a -20 °C durante 10 min. para precipitar la grasa. La solución se filtra a través de filtro de papel y se evapora el metanol. El residuo se redissuelve en 2 ml de hexano/dietileter (60:40).

Condiciones HPLC: Columna Lichrosorb RP-18, 10 micrometros (4,6 x 250 mm) a temperatura ambiente. Fase móvil: metanol, agua (60:40) flujo 1 ml/min. Rango de absorbancias 0,32 - 0,08 AUFS a 20 mV. Longitud de onda utilizada 225 - 280 nm. 20  $\mu$ l de solución estándar o muestra fueron inyectados vía inyector Rheodyne.

Por último, se ha visto en la determinación de los principales compuestos relacionados con los olores sexuales (18): indol, escatol, 5 $\alpha$ -androst-16-en-3-ona y antrosterol que tanto el escatol como la 5 $\alpha$ -androst-16-en-ona son los compuestos que más influyen el olor sexual. Así para evaluar los olores sexuales en el matadero deben ser analizados ambos compuestos.

## **METODOS PARA DETERMINAR LA COMPOSICION DEL VELO BLANCO EN CARNES CURADAS ENVASADAS AL VACIO**

Este problema consiste en la aparición de un velo blanco en la superficie de las lonchas expuestas al consumidor. Aunque su incidencia es pequeña, 5-10% del total, sí crea problemas económicos, por el rechazo que genera en el consumidor debido al aspecto desagradable. Aunque en algunos estudios se ha demostrado que no es debido a microorganismos, no han podido aportar información sobre las causas de aparición del velo blanco ni sobre la composición del mismo. Unos autores dicen que es debido a la precipitación de la tirosina (19) que es el aminoácido más insoluble de los existentes en el jamón, mientras otros apuntan a una importante participación de las proteínas (20). Con el fin de confirmar la naturaleza proteica del velo blanco (21) se realizaron electroforesis SDS en gel de poliacrilamida, y la determinación de la composición en aminoácidos libres mediante HPLC. El hecho más destacado consiste en la baja participación de la tirosina que supone un 11,7% del total de aminoácidos libres y que por tanto, invalida teorías anteriores sobre su importante participación en el velo blanco. El velo blanco parece estar formado por una estructura fibrosa constituida por proteínas de bajo peso molecular y en menor proporción (25%) por aminoácidos libres.

## **BIBLIOGRAFIA**

1. G.A. Gardner, R.L.S. Patterson, *J. Appl. Bacteriol.* 39 (1975) 263.
2. R.H. Dainty, R.A. Edwards, C.M. Hibbard, *Proceedings of the European Meeting of Meat Research Workers* 30 (1984) 245.
3. O.E. Wahlroos, F.P. Niinivaara, *Proceedings of the European Meeting of Meat Research Workers* 15 (1969) 1240.
4. R.L.S. Patterson, *Chemistry and Industry*, 2 (1969) 48.
5. I. Díaz, J. Arnau, J.A. García-Regueiro, "Defectos en el jamón curado: el sabor a cordero" en *jamón curado: Aspectos técnicos* (J. Arnau et al. Eds) Institut de Recerca i Tecnologia Agroalimentaries, Barcelona (1987), p. 352.
6. C. Cantoni, M.A. Bianchi, P. Renon, S. D'Aubert, *Arch. Vet. It.* 20 (1969) 355.
7. C. Cantoni, M.A. Bianchi, P. Renon, S. D'Aubert, *Arch. Vet. It.* 20 (1969) 245.
8. G. Giolitti, C.A. Cantoni, M.A. Bianchi, P. Renon, *J. Appl. Bacteriol.* 34 (1971) 51.
9. C. Cantoni, M.R. Molnar, P. Renon, G. Giolitti, *Ind. Conserve* 40 (1966) 14.
10. C. Cantoni, C. Bersani, R. Frigerio, *Ind. Alimentari* 28 (1989) 696.
11. M.J. Eyles, R.F. Adams, *International Journal of Food Microbiology* 3 (1986) 321.
12. G.N. Venkataramaiah, *Dissertation Abstracts International B* 38 (1978) 4717.
13. M.L. Lee, D.L. Smith, L.R. Freeman, *Appl. Environ. Microbiol.* 37 (1979) 85.
14. R.M. Jr. Thompson, A.M. Pearson, *J. Agri. Food. Chem.* 25 (1977) 1241.

15. J.A. García-Regueiro, I. Díaz, HRC CC 8 (1985) 698.
16. J.C. Peleran, G.F. Bories, J. Chromatogr. 324 (1985) 469.
17. J.A. García-Regueiro, M. Hortos, C. Arnau, J.M. Monfort, HRC CC 9 (1986) 362.
18. J.A. García-Regueiro, J. Díaz, Meat Science 25 (1989) 307.
19. J. Arnau, M. Hugas, J.A. García-Regueiro, J.A. Monfort, Rev. Agroquim. Tecnol. Aliment. 27 (1987) 398.
20. C. Cantoni, P. Cattaneo, Ind. Alimentari 26 (1987) 1158.
21. F. Toldrá, "Composición y características del velo blanco de los jamones curados envasados al vacío" en Avances en la Tecnología del jamón curado. Jornadas Técnicas (J. Flores et al. Eds) Valencia (1989), p. 127.

\* \* \*

**CHEMICONTROL**

**varian** 

**varian GC**

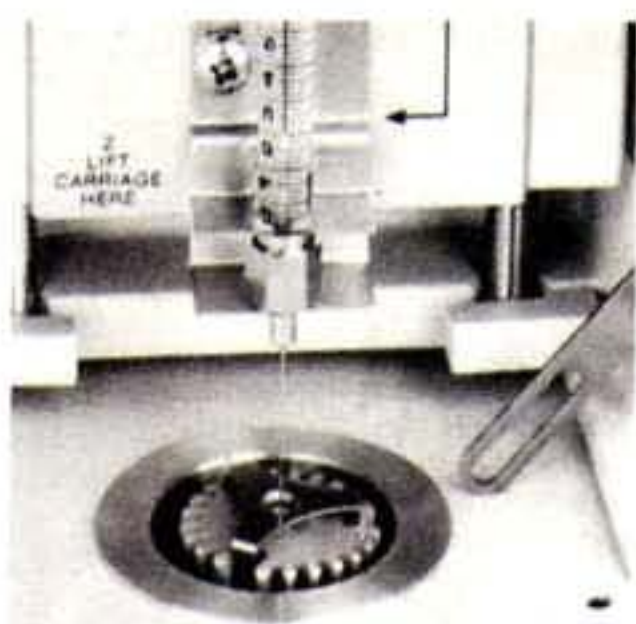
UNA RESPUESTA PARA CADA PROBLEMA ANALITICO



**3300: Rutina**



**3400: Automatismo**



**3410: Alta temperatura**



**3500: Capilar**



**3600: Desarrollo de métodos**

En España con la garantía **CHEMICONTROL**  
Avda. de Filipinas, 46 - 28003 MADRID - Tel. 91 - 254 66 77/78

**DELEGACION NORTE: OVIEDO - Tel. 985/25 12 91**  
**DELEGACION LEVANTE: VALENCIA - Tel. 96/372 78 33**

# Aplicación de técnicas electroforéticas al estudio de los productos cárnicos curados

A.V. Carrascosa y L. Amigo

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

*Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid*

## INTRODUCCION

Desde que la electroforesis fue introducida por Tiselius (1937) en la separación de macromoléculas orgánicas, la técnica se ha desarrollado ampliamente y en la actualidad se puede hablar de una gran familia de técnicas electroforéticas. En los últimos años han aparecido un gran número de trabajos en los que dichas técnicas se aplican con éxito al estudio de los alimentos. Baste señalar al respecto los trabajos realizados en nuestro Instituto sobre productos lácteos (1,2) y vinos (3,4).

El incremento en la fabricación de productos cárnicos y la necesidad de un control de calidad eficaz ha hecho necesaria la aplicación de estas técnicas a su estudio. Las líneas fundamentales de investigación en este campo han sido la identificación de distintas especies animales mediante su patrón electroforético, la detección de mezclas de carne de distintas especies animales, la detección de adulteraciones con proteínas de origen no cárnico (soja, caseína) y la detección de otras sustancias (ej. antibióticos). Sin duda, a excepción del agua, son las proteínas en conjunto el constituyente básico del organismo animal. Del mismo modo, ha sido la fracción proteica el principal objeto de estudio que se ha abordado al aplicar la electroforesis al estudio de la carne y los productos cárnicos. Por ello vamos a recordar aquí de forma somera la clasificación de las proteínas de la carne.

## PROTEINAS DE LA CARNE

De acuerdo con su procedencia, las proteínas del músculo se clasifican en sarcoplásmicas, miofibrilares y proteínas del tejido conectivo (5). Las proteínas sarcoplásmicas son aquellas que se encuentran en el plasma de las células musculares. Por centrifugación diferencial progresiva pueden obtenerse varias fracciones no homogéneas, dentro de las cuales se encuentran incluidas la mioglobina, las nucleoproteínas, las enzimas respiratorias y las proteínas lisosómicas. Las proteínas miofibrilares, que transforman la energía química en mecánica durante la contracción, son la miosina, la actina, la actomiosina, la tropomiosina, la troponina y la actinina. Las proteínas del tejido conectivo, que constituyen el armazón de los músculos, son el colágeno, la reticulina y la elastina. Las proteínas que más información han aportado a la temática considerada en el presente trabajo han sido la mioglobina, las enzimas respiratorias y las proteínas miofibrilares.

## TECNICAS ELECTROFORETICAS APLICADAS

Dentro de las técnicas utilizadas para la identificación de especies animales en carne y productos cárnicos destacan por su importancia las electroforéticas e inmunológicas —tabla 1— (6). A continuación comentaremos las primeras.

## **Electroforesis en gel de poliacrilamida (PAGE)**

La electroforesis en gel de poliacrilamida es un método capaz de separar las moléculas en estudio en función de su masa molecular y su carga neta. Su gran versatilidad es debida a la posibilidad de emplear geles de diferentes tamaños de poro, continuos, discontinuos o en gradiente, con o sin agentes desnaturantes y con tampones continuos o discontinuos. Esta técnica se ha utilizado fundamentalmente para identificar y diferenciar especies animales en mezclas de carne (7,8,9,10,11,12). En el estudio de los productos cárnicos su empleo ha sido más reducido y se ha dirigido tanto a este objetivo (13) como a la detección de adulteraciones con proteínas de origen vegetal (14).

**Tabla 1. Técnicas empleadas para el estudio de la carne y productos cárnicos.**

---

### Técnicas electroforéticas:

Electroforesis en gel de poliacrilamida (PAGE).

Electroforesis en gel de poliacrilamida con SDS (PAGE-SDS).

Electroenfoque en gel de poliacrilamida (PAGIF).

### Técnicas inmunológicas:

Inmunodifusión en gel de agar.

Inmunoelectroforesis.

Ensayos inmunoenzimáticos (ELISA).

Ensayos inmuno-nefelométricos.

### Otras técnicas:

Acidos grasos.

Dipeptidos de histidina.

Espectrometría de masas.

---

## **Electroforesis en gel de poliacrilamida con dodecil sulfato sódico (PAGE-SDS)**

Al utilizar SDS en presencia de un agente reductor (ej. 2-mercaptoetanol), las proteínas emigran en relación a su peso molecular.

La aplicación de la técnica PAGE-SDS al estudio de los productos cárnicos ha ido fundamentalmente encaminada a la detección de adulteraciones con proteína de soja, caseína y gluten (15,16).

El método ha sido aplicado con éxito a la detección de mezclas de carne de distintas especies animales, tanto en extractos solubles de músculo (17), como en el estudio de proteínas miofibrilares (18) y en el estudio de proteínas interfaciales realizadas con proteínas y grasa de distintas especies animales (19).

Los resultados obtenidos por Olsman y col. (20) ponen de manifiesto que esta técnica tiene mayor repetibilidad en los resultados que el método ELISA, aunque éste sea más preciso, estudiando productos cárnicos.

## **Electroenfoque en gel de poliacrilamida (PAGIF)**

Este método es probablemente el mejor para reconocer las enzimas y las proteínas de músculo pues tiene una gran resolución visual y una buena reproducción (21). Se basa en la emigración electroforética de las proteínas en un gradiente de pH: la emigración termina cuando la proteína alcanza el pH correspondiente a su punto isoeléctrico.

Esta técnica se ha empleado para la determinación cuantitativa de mezclas de carne, basándose en el diferente pl de las mioglobinas de diferentes especies animales (22,23,24) y en las reacciones enzimáticas de las enzimas creatin kinasa y adenilato kinasa (25).

También se ha empleado en productos cárnicos para detectar adulteraciones con plasma (26).

## BIBLIOGRAFIA

- (1) L. Amigo, I. Ibáñez, C. Fernández, M. Ramos. *Milchwissenschaft*. 44 (1989), 215.
- (2) M. Ramos, R.M. Sánchez, A. Olano. *Chem. Mikrobiol. Technol. Lebensm.* 9 (1985), 24.
- (3) I. Correa, M.C. Polo, L. Amigo, M. Ramos. *Conn. Vigne Vin.* 22 (1986), 1.
- (4) R. González-Lara, I. Correa, M.C. Polo, P. Martín-Alvarez, M. Ramos. *Food Chem.* 34 (1989), 103.
- (5) C.E. Bodwell, P.E. McClain. "Composición química de los tejidos animales. Proteínas en ciencia de la carne y de los productos cárnicos". (J.F. Price, B.S. Scheweigert. Eds.). Ed. Acribia (1976), 80.
- (6) G. Wijngaards, M. Van Biert. "Quantitative estimation of meat species by immunological methods: Problems and improvements" in *Biochemical identification of meat species*. (R.L.S. Patterson. Ed.). Elsevier Applied Science Publishers (1985), 90.
- (7) S.A. Babiker, P.A. Glover, R.A. Lawrie. *Meat Sci.* 5 (1980), 473.
- (8) M.J. Koning. *Dissertation Tierärztliche Hochschule Hannover* (1982). Citado por K. Hoffman (22).
- (9) S.K. Bandxophadhygy, A. Sanyala, D. Chaudhuri. *J. Food. Sci. Technol. India.* 22 (1985), 373.
- (10) H. Kim, L.A. Shelef. *J. Food. Sci.* 51 (1986), 731.
- (11) H.H. Heinert, H. Bechmer, H.J. Baumann. *Fleischwirtschaft.* 68 (1988), 386.
- (12) K. Lindner, I. Kajdú, L. Kadas. *Acta Alimentaria.* 10 (1981), 301.
- (13) H. Brehmer. *Fleischwitsch.* 63 (183), 1771.
- (14) M. Sibour, V. Giaccone, E. Parisi. *Fleischwirtschaft.* 68 (1988), 390.
- (15) D. Calsina, G. Casa de Mont, J.M. Monfort. *Proc. Eur. Meet. Meat. Res. Work.* 28, Vol. II (1982), 426.
- (16) G. Tantillo, G. Tiecco. *Ind. Alimentari.* 27 (1988), 27.
- (17) E. Parisi, D. Aguiari, G. Papa. *Att. Soc. Ital. Sci. Vet.* 37 (1984), 593.
- (18) M.L. Greaser, L.D. Yates, K. Krzywicki, D.L. Roelke. *Proc. Ann. Recriproc. Meat. Conf. Eur. Meat. Sci. Ass.* 36 (1984), 87.
- (19) C.J. Brock, M.B. Enser. *Procee. Eur. Meet. Meat. Res. Work.* 33. Vol. II (1987), 258.
- (20) W.J. Olsman, S. Dobbelaere, GHS. Hitchcock. *J. Sci. Food Agric.* 36 (1985), 499.
- (21) D. Führling, S. Krebs. *Lebensmittelchem. Gerichtl. Chem. GDCn*, 3 (1982), 16.
- (22) K. Hoffman. *Fleischwirtschaft*, 66 (1986), 91.
- (23) F. Baver, K. Hoffman. *Mitteil. Bundes. Fleisch (BFF)*, 95 (1987), 7298.
- (24) K.M. Mc Lellan, F. Norton. *Proc. Eur. Meat. Res. Work.* 33. Vol. II (1987), 371.
- (25) N.L. King. *Meat Science.* 11 (1984), 59.
- (26) F. Baver, H. Stachelberg. *Z. Lebensm. Untersuch. Forsch.* 178 (1984), 86.

\* \* \*

# Noticias del GCTA

## REUNION ANUAL 1989

Los pasados días 22, 23 y 24 de noviembre tuvo lugar, en el recinto de la Fira de Reus, la XVIII Reunión Anual del Grupo. Fue patrocinada por la Conselleria d'Ensenyament, la Diputación de Tarragona y el Ayuntamiento de Reus, con la colaboración de las empresas Hewlett-Packard, Millipore-Waters y Perkin-Elmer Hispania.

Hay que destacar, en primer lugar, la elevada participación: se registraron 202 asistentes, de ellos 57 pertenecientes a la industria, 49 a la universidad, 39 al CSIC, 30 a otros organismos públicos y 27 a empresas comerciales.

El programa científico incluyó siete conferencias plenarias: "HP Capillary electrophoresis and electrokinetic capillary chromatography", por F.M. Everaerts, de la Universidad Tecnológica de Eindhoven; "Incidencia de las normas GLP en el laboratorio cromatográfico", por J. Sabater, presidente de la Real Academia de Farmacia de Barcelona; "Interés de la GCMS en la taxonomía y el diagnóstico de las enfermedades producidas por microbacterias", por M. Luquin, del Hospital de la Sta. Creu i San Pau de Barcelona; "Comparison of automated methods for the extraction of drugs from biological fluids", por R.D. Mac Dowall, de los laboratorios Wellcome de Beckenham, Kent; "Posibilidades de la automatización en cromatografía", por M. Valcárcel, de la Universidad de Córdoba; "Software cromatográfico para GPC", por W. Emhcke, de Spectra Physics, Darmstadt, y "Evaluación crítica de sistemas de tratamiento de señales cromatográficas", por A. Cano, del CSIC, y J.M. Riera, del Instituto Químico de Sarriá.

El número de comunicaciones presentadas ascendió a 91, lo que supone todo un récord, ya que dobla las cifras máximas de anteriores reuniones. Siete de ellas fueron seleccionadas para su presentación en forma oral, y las 84 restantes se exhibieron en forma de carteles (que estuvieron expuestos durante los tres días que duró la reunión) y una parte de ellos fueron discutidos en sesiones especiales, en las que actuaron como moderadores J.M. Sicilia, X. Guardino, Ll. Comellas y M.T. Galcerán. La temática incluía modelización, desarrollos instrumentales, desarrollos metodológicos, análisis de fluidos biológicos, de alimentos, de muestras ambientales, de combustibles y derivados y normas GLP.

Se realizaron dos sesiones de discusión: la primera sobre cromatografía iónica (evaluación crítica de los distintos sistemas) moderada por M.T. Galcerán, contó con la participación de las empresas Dionex, Millipore Waters y Metrohm, y la segunda, sobre espectrómetros de masas como detectores cromatográficos, moderada por J. Abian, contó con la participación de las empresas Delsi-Nermag, Finnigan (Kontron y Perkin Elmer), Shimadzu (Izasa).

La exposición comercial, situada en el mismo recinto en que se exhibían los carteles (lo que facilitaba tanto las visitas a los stands como el intercambio de información entre los participantes) contó con la asistencia de 16 casas expositoras: Argon, CES Analítica, Cromlab, Delsi Nermag, Hucoa Erloss, Konik, Kontron Instruments, Kromxpek, Lasing, Massó Analítica, Merck, Microbeam, Reactivos Scharlau, Sociedad Española de Carburos Metálicos, Sugelabor y Teknokroma.



## ASAMBLEA GENERAL

Tuvo lugar el pasado día 24, en Reus, durante la Reunión Científica Anual, tal y como viene siendo habitual.

Tras el informe de la tesorera, Elena Fernández, que mostró superávit, el secretario, Joan Grimalt, dio cuenta de las altas y bajas durante el último año, que totalizan 73 y 1, respectivamente, lo que eleva el número de miembros del Grupo a unos 500. En cuanto a las empresas, hay dos protectoras más y otras dos asociadas. Se concedieron 30 becas de asistencia a la Reunión de Reus, que, a mitad de su curso mostraba ser un éxito evidente. Tras el informe del presidente, Emili Gelpí, tuvo lugar un animado debate sobre la conveniencia de organizar cursos de diversa temática (control de calidad, normas GLP, aplicaciones), así como sobre el interés de las exposiciones de instrumentos y la celebración de la próxima Reunión Anual, que por primera vez en años pares se hará de forma independiente de la Bienal de Química. En 1990 la Reunión del GCTA tendrá lugar en Barcelona, durante la EXPOQUIMIA y en el marco de las Jornadas de Análisis Instrumental (JAI).

\* \* \*

## NUEVOS SOCIOS

D. Benito Oliver Rodés  
Laboratorio de Análisis  
Dr. Oliver Rodés  
Consell de Cent, 306  
08007 BARCELONA

D. Matías Llobet Vallvé  
Caspé, 158  
08013 BARCELONA

Dña. Rosa María Marcé Recaséns  
Escola d'Enologia  
Imperial Tarraco, 1  
43001 TARRAGONA

D. Gabriel Sánchez Muñoz  
Estación de Viticultura y Enología  
Ctra. Torrenueva, s/n  
13300 VALDEPEÑAS (Ciudad Real)

D. Francesc Borrull Ballarín  
Facultat de Ciències Químiques  
Universitat de Tarragona  
Imperial Tarraco, 1  
43005 TARRAGONA

Dña. Inmaculada Tolosa Bertral  
Departament de Química Ambiental  
CID-CSIC  
Jordi Girona, 18  
08034 BARCELONA

D. Joan Villanueva Ribes  
Departament de Química Ambiental  
CID-CSIC  
Jordi Girona, 18  
08034 BARCELONA

Dña. María José Lucas Zabala  
Transformados Pealsa  
La Herrera, s/n  
48800 BALMASEDA (Vizcaya)

D. Joaquim Molina Vallejo  
Departament de Bioquímica i  
Fisiologia - Universitat de Barcelona  
Diagonal, 645  
08028 BARCELONA

Dña. Olga Martín Belloso  
A.I.C.V.  
Laboratorio del Ebro  
Sta. Gema, 56  
31570 SAN ADRIAN (Navarra)

D. Llorenç Braco Soler  
Departament de Bioquímica  
Instituto de Biología Molecular  
Universitat de Valencia  
46100 BURJASOT (Valencia)

Dña. Gemma Amat Mestres  
Institut Quimic de Sarrià  
08017 BARCELONA

Dña. Pilar Teixidor Casamitjana  
Departament de Geoquímica  
Facultat de Geologia  
Universitat de Barcelona  
Martí i Franques, s/n  
08028 BARCELONA

Dña. Montserrat Domínguez Font  
Delegació Territorial de Salut Pública  
Dep. de Sanitat i Seguretat Social  
Sol, 15  
17004 GIRONA

D. Heliodoro Fernández Carracedo  
Ensidesa  
Laboratorio Central  
Apartado 52 - 33400 AVILES

Dña. Ernestina Argüero Menéndez  
Ensidesa  
Laboratorio Central  
Apartado 503 - 33400 AVILES

Dña. Marta Calull Blanch  
Facultat de Ciències Químiques  
Universitat de Tarragona  
Imperial Tarraco, 1  
43005 TARRAGONA

D. Marcos Granda Ferreira  
Instituto Nacional del Carbón  
y sus Derivados  
La Corredoria  
33080 OVIEDO

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

Dr. Joan Grimalt  
Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines  
Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC)  
Jordi Girona Salgado, 18-26 - 08034 Barcelona

acompañado de la correspondiente autorización bancaria. Precio 1989: 1.500 ptas.). Señale la dirección en la que desea recibir la correspondencia.

**REAL SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUIMICA  
GRUPO DE CROMATOLOGRAFIA 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



Ofrecemos nuestros sistemas  
de HPLC con la mayor garantía:  
cuestión de confianza



 **Spectra-Physics**

**lasing, s.a.**

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

Antonio Ricardos, 12-14  
Tfno. 352 69 33 - FAX 352 23 08  
08027 BARCELONA



# 5<sup>as</sup> JORNADAS DE ANALISIS INSTRUMENTAL

---

---

Organizadas por:

---

Grupo de Cromatografía y  
Técnicas Afines (R.S.E.Q.)

Grupo Español de  
Espectroscopia (S.E.D.O.)

Sociedad Española de  
Química Analítica

Grupo Espectroquímico  
(R.S.E.Q. y R.S.E.F.)

Grupo de Análisis Térmico  
(R.S.E.F. y R.S.E.Q.)

---

Barcelona, 7-9 de Noviembre de 1990

---

**SI ESTA UD. PENSANDO  
EN  
CROMATOGRAFIA  
DE  
GASES...**

D. Joan Freixas Bazaco  
Cenavisa  
Paseig Prim, 27  
43202 REUS (Tarragona)

Dña. Inmaculada Yruela Guerrero  
Estación Experimental  
Aula DEI - CSIC  
Apartado 202 - 50080 ZARAGOZA

Dña. Irene Rodríguez Biosca  
Junta D'Aigües de la Generalitat  
Planta del Ter  
Afores Cardedeu, s/n  
08440 CARDEDEU (Barcelona)

Dña. María Luisa Morata Rivas  
Tabacalera, S.A.  
Centro de Investigación y Desarrollo  
Embajadores, 51  
28012 MADRID

Dña. María Dolores López Tejero  
Departament de Bioquímica i Biofísica  
Facultat de Biologia  
Universitat de Barcelona  
Diagonal, 645  
08071 BARCELONA

D. J. Andrés Alonso López  
Laboratorio Municipal de Vitoria  
Cuesta de San Vicente, s/n  
01001 VITORIA (Alava)

D. Josep Oriol Colomer Guillamón  
Servilab, S.A.  
Antonio Ricardos, 12-14  
08027 BARCELONA

D. Leandro Angulo Lucas  
Departament de Química Ambiental  
CID-CSIC  
Jordi Girona, 18  
08034 BARCELONA

D. Mario Xirau Vayreda  
Departament de Química Analítica  
Facultat de Farmacia  
Universitat de Barcelona  
Diagonal, s/n  
08028 BARCELONA

Dña. Gael Durand  
Departament de Química Ambiental  
CID-CSIC  
Jordi Girona, 18  
08034 BARCELONA

Dña. María Pilar Callao Lasmarías  
Facultat de Ciències Químiques  
Universitat de Tarragona  
Imperial Tarraco, 1  
43005 TARRAGONA

Dña. María José Curto Pons  
Departament de Química Analítica  
Facultat de Ciències Químiques  
Universitat de Barcelona  
Diagonal, s/n  
08028 BARCELONA

Dña. Anna Solans Laque  
Institut Municipal D'Investigació  
Médica  
Paseig Maritim, 25  
08003 BARCELONA

D. Joan Francesc Dulsat Coll  
Laboratorios Almirall  
Cardenes  
BARCELONA

D. Jordi Ortuño Rodríguez  
Institut Municipal D'Investigació  
Médica  
Passeig Maritim, 28  
08003 BARCELONA

Dña. Gracia Patricia Blanch Manzano  
Instituto de Fermentaciones  
Industriales - CSIC  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Dña. Carolina Sanllehy Madariaga  
Hospital Clinic  
Laboratorio de Bioquímica  
Villarroel, 170  
08036 BARCELONA

Dña. Nuria Martí Cots  
Instituto Químico de Sarriá  
08017 BARCELONA



**EN  
CROMATOGRAFIA  
DE  
LIQUIDOS...**

Dña. Begoña Jiménez Luque  
Instituto de Química Orgánica  
CSIC  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

Dña. María Elena Ibáñez Ezequiel  
Institut Químic de Sarriá  
08017 BARCELONA

D. Alejandro Cifuentes Gallego  
Instit. de Química Orgánica General  
Juan de la Cierva, 3  
28006 MADRID

D. Miguel Sánchez Sánchez  
CIEMAT  
Avda. Complutense, 22  
28040 MADRID

D. Enric Balsells Prats  
Industrial Técnica Pecuaria, S.A.  
Travesera de las Corts, 161, entlo. C  
08028 BARCELONA

D. Roberto García Fernández  
Instituto Nacional del Carbón  
Apartado 72 - 33080 OVIEDO

D. Esteve Granada Sales  
Institut Químic de Sarriá  
08017 BARCELONA

D. Rafael de la Torre Fornell  
Institut Municipal D'Investigacions  
Mèdiques  
Paseig Marítim, 25  
08003 BARCELONA

D. Josep Guasch Torres  
Escola D'Enologia  
Imperial Tarraco, 1  
43005 TARRAGONA

Biblioteca Aiscondel, S.A.  
Afueras, s/n  
22400 MONZON (Huesca)

D. Angel Barbe Merino  
Departament de Química Ambiental  
CID-CSIC  
Jordi Girona, 18  
08034 BARCELONA

Dña. Montserrat Vives Domingo  
Industrial Técnica Pecuaria  
Polígono Industrial C/I  
43800 VALLS (Tarragona)

D. Jorge Muñoz Palencia  
Laboratorio Agroalimentario  
M.A.P.A.  
MADRID

D. José A. García Mesa  
Estación Experimental de Olivicultura  
Ctra. Bailén-Motril  
23620 MENGIBAR (Jaén)

Dña. Marina Luquín Fernández  
Hospital de Sant Pau  
Department de Microbiología  
Sant Antoni Maria Claret, 167  
08025 BARCELONA

D. Antoni Gelonch Borrás  
Laboratori de Salut Pública  
Alcalde Rovira Roure, 2  
25006 LLEIDA

Dña. María José González Martínez  
Instituto Nacional de Consumo  
Avda. Cantabria, s/n  
28042 MADRID

**EN  
ESPECTROMETRIA  
DE  
MASAS...**

## Reseña de libros

J.A. Jonsson. *Chromatographic theory and basic principles*. Marcel Dekker, New York (1987).

El libro contiene una serie de revisiones detalladas sobre el estado actual de la teoría en diversas modalidades de la cromatografía: gases, líquidos, iones y exclusión, a un nivel muy avanzado, en lo que se refiere a desarrollo matemático y químico-físico.

Después de una breve descripción de los parámetros fundamentales, recogida en el capítulo 1, en el 2 se presentan los fenómenos de dispersión cromatográfica y la forma de pico en sus aspectos comunes a las diversas modalidades de la técnica.

Los capítulos 3 (de J. Novak), 4 y 6 (de W. Kudzinski) están destinados a describir los mecanismos de retención en GLC, GSC y LC, respectivamente; mientras que el capítulo 4, mecanismos mixtos de retención en GLC, incluye varios aspectos prácticos, tales como sus implicaciones en el análisis cuantitativo. El capítulo 7 (de D.R. Jenke y G.K. Pasenkopt) se dedica a la retención y detección en cromatografía de cambio iónico; y el octavo (por L. Fischer) trata la retención en cromatografía de exclusión de un modo muy asequible para la mayor parte de los cromatografistas.

En resumen, puede decirse que si una parte del libro es sólo recomendable para aquellos que quieran profundizar en aspectos teóricos de la cromatografía, el resto de la obra resulta muy interesante para gran número de lectores.

*The practice of enantiomer separation by capillary Gas Chromatography*, por W.A. König. Hüthig Verlag, Heidelberg, 1987. 104 pág., 232 ref.

El libro es muy breve, tanto que se asemeja a un artículo de revisión extenso. Tras una introducción en la que se presentan los conceptos de quiralidad y análisis estereoespecífico, junto a unos sucintos epígrafes dedicados a las fases estacionarias quirales y a la preparación de columnas capilares, el capítulo 2, el más extenso, describe métodos cromatográficos para la separación de aminoácidos, alcoholes, hidróxiácidos, carbohidratos y compuestos carbonílicos. Los tres capítulos siguientes son a cual más breve; en ellos se menciona la separación por formación de complejos en fase estacionaria (según el método de Schurig) el uso de derivados diastereoisoméricos y algunas aplicaciones, junto con varios aspectos de la detección y determinación cuantitativa.

No cabe duda del interés de la separación cromatográfica de isómeros ópticos como un método rápido y sensible para el control de pureza en sintones quirales, productos farmacéuticos y sus metabolitos, productos naturales, aromas y tantos otros. Una revisión como la que presenta el libro puede servir como puesta al día para los interesados en este campo que evoluciona rápidamente.

**EN**  
**ESPECTROFOTO-**  
**METRIA**  
**UV/VIS...**

# Encuesta

Desde hace tiempo, viene detectándose una gran demanda de cursos, cursillos, seminarios, etc., dedicados a las distintas modalidades de la cromatografía. En vista de ello, y a petición de muchos de sus socios, el GCTA ha decidido comenzar a organizarlos. El primero de ellos, titulado *Cromatografía de gases con columnas capilares*, tuvo lugar en Reus el 21 de noviembre pasado, alcanzando gran interés en cuanto a participación. Con la intención de continuar la tarea emprendida, rogamos a todos los interesados contesten la adjunta encuesta, para poder comenzar a programar aquellas actividades que presenten mayores perspectivas de participación.

Cortar y enviar a:

Nombre .....

Titulación .....

Actividad profesional .....

Empresa/organismo .....

Está interesado en cursos de tipo:

Teórico

Incluyendo prácticas

Duración

Breve (1-3 días)

Largo (1 semana-meses)

Horario

Intensivo (5-8 horas/día)

Parcial (a partir de las 17 horas)

Modalidad cromatográfica

GC

HPLC

SFC

Otras (especificar)

Enfoque

Fundamentos de la técnica

Aplicaciones (especificar)

(Marcar con una cruz las respuestas afirmativas).

**O EN**

**\* AUTOMATIZACION  
DE LABORATORIO**

**\* FT/IR**

**\* EMISION ATOMICA**

# Cursos

## HEWLETT-PACKARD - DIVISION DE QUIMICA ANALITICA

### AVANCE DEL PROGRAMA DE CURSOS 1990

#### BARCELONA

**Cromatografía de Gases:** 24, 25 y 26 de enero; 4, 5 y 6 de abril; 20, 21 y 22 de junio, y 9, 10 y 11 de octubre.

**Cromatografía de Líquidos:** 6, 7 y 8 de febrero; 16, 17 y 18 de mayo, y 18, 19 y 20 de setiembre.

**Columnas Capilares:** 24 y 25 de abril.

**Espectrometría de Masas:** 6, 7 y 8 de marzo de 1990.

**Integradores:** 9 de febrero, 21 de setiembre y 26 de octubre.

#### LISBOA

**Cromatografía de Gases:** 13, 14 y 15 de febrero.

**Cromatografía de Líquidos:** 27, 28 y 29 de marzo.

**Columnas Capilares:** 8 y 9 de mayo.

#### MADRID

**Cromatografía de Gases:** 30, 31 de enero y 1 de febrero; 21, 22 y 23 de mayo, y 25, 26 y 27 de setiembre.

**Cromatografía de Líquidos:** 18, 19 y 20 de abril; 26, 27 y 28 de junio, y 16, 17 y 18 de octubre.

**Columnas Capilares:** 11 y 12 de enero; 8 y 9 de mayo, y 12 y 13 de junio.

**Espectrometría de Masas:** 13, 14 y 15 de marzo.

**Integradores:** 2 de febrero; 24 de mayo; 28 de setiembre; 19 de octubre; 2 de febrero; 24 de mayo; 28 de setiembre, y 19 de octubre.

#### SEVILLA

**Cromatografía de Gases:** 16, 17 y 18 de enero.

**Cromatografía de Líquidos:** 20, 21 y 22 de febrero.

**Columnas Capilares:** 5 y 6 de junio.

**Integradores:** 19 de enero y 23 de febrero.

Si desea usted realizar una pre-inscripción en cualquiera de estos cursos, cuyo calendario definitivo aparecerá en breve, le rogamos se ponga en contacto con su oficina de ventas más próxima o llamando al (91) 637 00 11, señorita Bujalance.



# PIENSE EN HEWLETT-PACKARD

**HEWLETT PACKARD, EMPRESA  
LIDER EN:**

- \* CROMATOGRAFIA DE GASES
- \* CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS
- \* ESPECTROMETRIA DE MASAS
- \* ESPECTROFOTOMETRIA UV/VIS
- \* ESPECTROFOTOMETROS  
FT/IR Y EMISION  
ATOMICA
- \* SISTEMAS DE AUTOMATIZACION  
DE LABORATORIO



## **CURSOS EN LA UNIVERSIDAD COMPLUTENSE (MADRID)**

### ***Cromatografía de gases. Tratamiento de datos***

Organizado por el Departamento de Química Analítica de la Facultad de Ciencias Químicas y Hewlett-Packard Española, S.A.

Epoca: Junio.

Duración: 3 días (intensivo).

Información: Profesor Polo, Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, teléfono 449 77 95.

### ***Cromatografía iónica***

Organizado por el Departamento de Química Analítica de la Facultad de Ciencias Químicas y Metrohm.

Epoca: Junio.

Duración: 3 días (intensivo).

Información: Profesor Polo, Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, teléfono 449 77 95.

## **ERASMUS SHORT COURSE**

### **Fundamentals and Applications of Mass Spectrometry**

**Tuesday, 27 March to Thursday, 5 April inclusive, 1990**

**Department of Chemistry, University of Warwick, Coventry, CV4 7AL, UK**

The course is presented by members of the institutes of mass spectrometry at the Universities of Amsterdam, Lisbon, Swansea and Warwick.

The course will be suitable for postgraduate students beginning work in the fields of mass spectrometry and gas phase ion chemistry and who have only a limited knowledge of the subject. The earlier part of the course will cover topics such as instrumentation, ionisation methods, interpretation of mass spectra, GC/MS and HPLC/MS and tandem mass spectrometry. This will provide a foundation for the discussion of selected topics of a more specialised nature in the later part of the course, such as Fourier transform mass spectrometry, dynamics of unimolecular and bimolecular processes, high molecular weight mass spectrometry, etc.

The structure of the course will consist of lectures in the mornings of the eight working days with afternoons devoted to group activities which will include tutorial work, practice at interpretation, consideration of selected papers from the literature, presentation of short talks, and practical demonstrations. More general discussions will be organised as required in the evenings.

The number of participants will be limited to approximately 20 with preference being given to students from Ireland, Portugal, Spain, Italy and Greece. There is no course fee and all local expenses from the evening of Monday, 26 March until the morning of Friday, 6 April will be covered by funds made available under the Erasmus Scheme. No funds are earmarked for assistance with travel but it may be possible to offer very limited assistance in some cases.

Applications, together with a covering letter from a student's research supervisor, should be sent as soon as possible to: Professor K.R. Jennings, Department of Chemistry, University of Warwick, Coventry, CV4 7AL, UK.

Successful applicants will be notified by mid-February.

# Actividades para 1990

## CONGRESOS NACIONALES

### Reunión Anual del GCTA

Tendrá lugar en noviembre, en el marco de Expoquimia y las 5<sup>as</sup> Jornadas de Análisis Instrumental.

### 5<sup>as</sup> Jornadas de Análisis Instrumental "JAI"

En el marco de Expoquimia, en su 25 aniversario y del 7 al 9 de noviembre, se celebrarán las 5<sup>as</sup> Jornadas de Análisis Instrumental, organizadas por: Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (R.S.E.Q.), Grupo Español de Espectroscopia (S.E.D.O.), Sociedad Española de Química Analítica, Grupo Espectroquímico (R.S.E.Q. y R.S.E.F.) y Grupo de Análisis Térmico (R.S.E.F. y R.S.E.Q.).

Las jornadas constarán de conferencias, comunicaciones en forma de cartel y mesas redondas.

Las conferencias serán pronunciadas por conocidos especialistas invitados por el Comité Científico de las Jornadas.

Los temas de las jornadas estarán orientados a la presentación de contribuciones al desarrollo de las modernas técnicas analíticas (métodos electroquímicos, cromatografía, fluorescencia de rayos X, FIA, análisis de superficies, electrofóresis, microscopía electrónica, análisis térmico diferencial, espectroscopías Raman, IR, UV y visible, RMN, espectrometría de masas, automatización, robótica y sistemas expertos en laboratorios de análisis, quimiometría, etc.) y sus aplicaciones, fundamentalmente en los siguientes campos:

- química ambiental;
- biotecnología;
- ciencias de materiales;
- alimentos;
- fármacos y drogas;
- polímeros biológicos e industriales.

Los autores interesados en presentar comunicaciones deberán enviar un resumen de 120 a 200 palabras antes del 1 de febrero de 1990 a: 5<sup>as</sup> Jornadas de Análisis Instrumental "JAI", Expoquimia-90, Avda. Reina María Cristina, 08004 Barcelona.

El comité científico elaborará el programa definitivo antes del 15 de marzo.

## CONGRESOS INTERNACIONALES

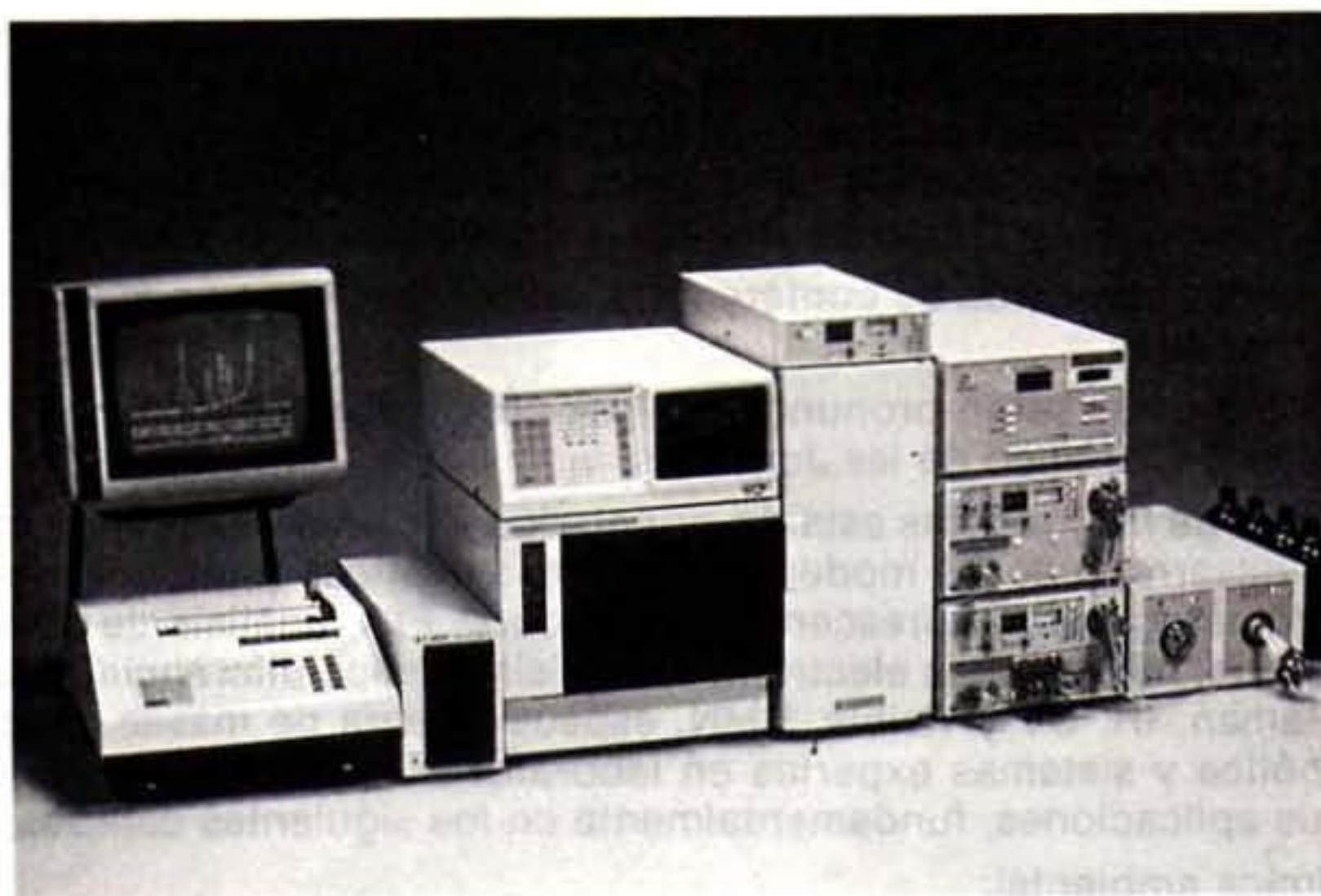
### 41 Pittsburg Conference

Tendrá lugar en Nueva York, del 5 al 8 de marzo de 1990.

Para solicitar información, escribir a: Gary W. Christian, Pittsburg Conference, 300 Penn Center Blvd, Suite 332, Pittsburgh, PA 15235 USA.

Si Ud. quiere **HPLC**  
Si Ud. quiere un **buen HPLC...**  
Si Ud. quiere un **sistema modular...**  
Si Ud. quiere un **excelente sensibilidad...**  
Si Ud. quiere un equipo **que no se averíe...**  
Si Ud. quiere **la mejor relación calidad precio...**

## **UD. QUIERE UN HPLC SHIMADZU**



### **IZASA, S. A.**

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

C/. Calabria, 174  
08015 BARCELONA

### **CONSULTENOS EN DELEGACIONES DE:**

**Barcelona:** 425 01 00; **Bilbao:** 476 13 50; **Gijón:** 35 67 46; **Granada:** 28 07 50;  
**Las Palmas:** 24 21 49; **Madrid:** 653 71 99; **Murcia:** 29 87 11; **La Laguna:** 65 01 12;  
**Santiago de Compostela:** 58 28 00; **Sevilla:** 36 41 66; **Valencia:** 347 66 65;  
**Zaragoza:** 77 17 14

## **20 International R.W. Frei Memorial Symposium on Environmental Analytical Chemistry**

Tendrá lugar en Estrasburgo, del 17 al 20 de abril, organizado por la International Association of Environmental Analytical Chemistry. El programa científico constará de conferencias, carteles y tres mesas redondas. La asamblea anual de la IAEAC tendrá lugar durante la reunión. Simultáneamente se celebrará un *workshop* sobre *Química y análisis de hidrocarburos de interés ambiental*. Los trabajos presentados en ambas reuniones se publicarán (previa revisión) en el *J. of Environm. Anal. Chem.* y en el *J. of Toxicol. & Environm. Chem.*

Para solicitar más información, escribir a: Prof. Joan Albaigés, Centro de Investigación y Desarrollo (CSIC). Jordi Girona, 28-36. 08034 Barcelona.

## **2nd International Symposium on Applied Mass Spectrometry in the health sciences**

Como ya se anunció en el número anterior, tendrá lugar en Barcelona, del 17 al 20 de abril, organizado por E. Gelpí y con la colaboración del GCTA.

Aunque la fecha tope para el envío de resúmenes es el 20 de enero, se podrán presentar resultados de última hora mediante la modalidad *Stop press last minute contributions*, que se aceptarán hasta el 30 de marzo. Estos trabajos figurarán como Addenda al Libro de Resúmenes. Todas las contribuciones al Congreso se publicarán (previa revisión) en el *J. Chromatogr. Biomed. Applications*.

Se puede obtener información más detallada escribiendo a: Secretaría Congrés, Palau de Congressos, Avda. Reina Cristina, s/n, 08004 Barcelona, Tel. 93-423 31 01. Télex 53 117. Fax 93-426 28 45.

## **11 International Symposium on Capillary Chromatography**

Tendrá lugar en Monterrey, California, del 14 al 17 de mayo de 1990. Constará de conferencias, carteles, mesas redondas, seminarios de instrumentación e incluirá una exposición comercial. El programa científico versará sobre los últimos avances en:

Técnicas de separación:

- cromatografía de gases capilar y sus acoplamientos con MS, FTIR y AES;
- micro-HPLC;
- SFC;
- electroforesis capilar;
- técnicas de preparación de muestras.

Nuevos métodos y aplicaciones en:

- análisis ambiental;
- química orgánica y farmacéutica;
- petroquímica;
- aromas;
- bioquímica;
- alimentos;
- análisis de trazas.

Para solicitar más información, escribir a: Dr. P. Sandra, Laboratory of Organic Chemistry, University of Gent, Krijkslaan 281 (S4), B-9000 Gent (Bélgica).

## Euroanalysis VII

La VII Reunión Europea de Química Analítica (Euroanalysis) tendrá lugar en Viena, del 26 al 31 de agosto de 1990.

El programa constará de tres secciones, ya que se prevén 70 conferencias y unas 500 comunicaciones.

### a) Aplicaciones de la química analítica.

#### a1) Environmental Systems and Food.

— Air. Convener: J. Albaiges, Centro de Investigaciones y Desarrollo, Barcelona, Spain.

*Pollutants-phase Association in Urban Atmospheres: Sampling and Analytical Methods.*

— Water. Convener: B. Salbu, Agricultural University of Norway, Aas-NLH, Norway.

*Analysis of Trace Metals and their Physico-Chemical Forms in Water.*

— Soil. Convener: A. Ure, Dept. of Pure and Applied Chemistry, Glasgow, United Kingdom.

*Trace Element Speciation in Soils, Soil Extracts and Solutions.*

#### a2) Pharmaceutical and Biomedical Science

— Drugs and Metabolites. Convener: D. Westerlund, Biomedical Center, Uppsala University, Uppsala, Sweden.

*Current Separation Techniques for the Analysis of Pharmaceutical Drugs and Metabolites in Complex Matrices.*

H. Ehrsson, Karolinska Pharmacy, Stockholm, Sweden.

*Bioanalytical Methodologies in Cancer Research.*

A.F. Fell, University of Bradford, United Kingdom.

*Computer-Aided Validation of Reversed-Phase and Chiral LC in Pharmaceutical Research and Development.*

W. Lindner, Institute for Pharmaceutical Chemistry, University of Graz, Austria.

*Enantioselective Pharmaceutical Analysis: Principles and Applications.*

— Diagnostics and Therapy Control. Convener: J. Breuer, Marienhospital, Gelsenkirchen, Federal Republic of Germany.

*New Trends in Methodological Developments in Clinical Chemistry.*

H. Greiling, Clinical Chemical Central Laboratory of the University, Aachen, Federal Republic of Germany.

*HPLC in Clinical Chemistry.*

L. Siekmann, University of Bonn, Federal Republic of Germany.

*Mass Spectrometry in Clinical Chemistry.*

M.M. Müller, Department of Surgery of the University of Vienna, Austria.

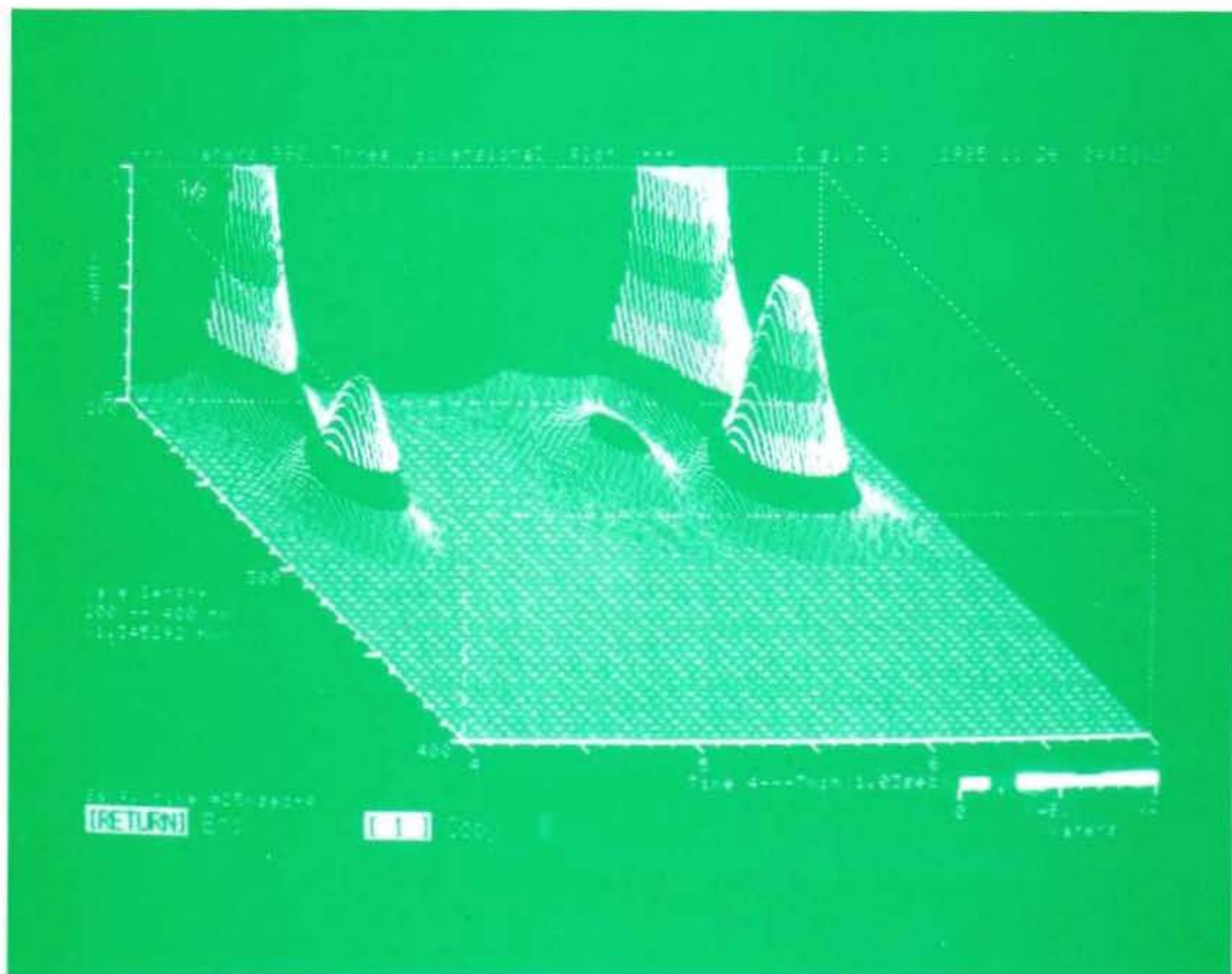
*Bioluminescence Techniques in the Clinical Chemistry Laboratory.*

#### a3) Biotechnology

— Process Control and Product Quality. Convener: B. te Nijenhuis, International Biosynthetics, Rijswijk, The Netherlands.

*Challenges in Biotechnological Analysis.*

# Analice sus muestras con una nueva luz.



## Detector UV-Vis por fotodiodos para Cromatografía Líquida Waters 990.

Obtenga información espectral completa (190-600 nm) a lo largo de su cromatografía con el nuevo detector por fotodiodos Waters 990. El análisis y comparación de espectros le facilitarán la identificación de los picos cromatográficos, confirmándole, además, su homogeneidad y pureza. Podrá obtener gráficas tridimensionales, cromatogramas con representación topográfica, superposición de espectros, análisis de cromatogramas, e integración de hasta 6 canales simultáneos. Todo ello con facilidad, rapidez y alta resolución.

Para ampliar información, o asistir a una demostración, póngase en



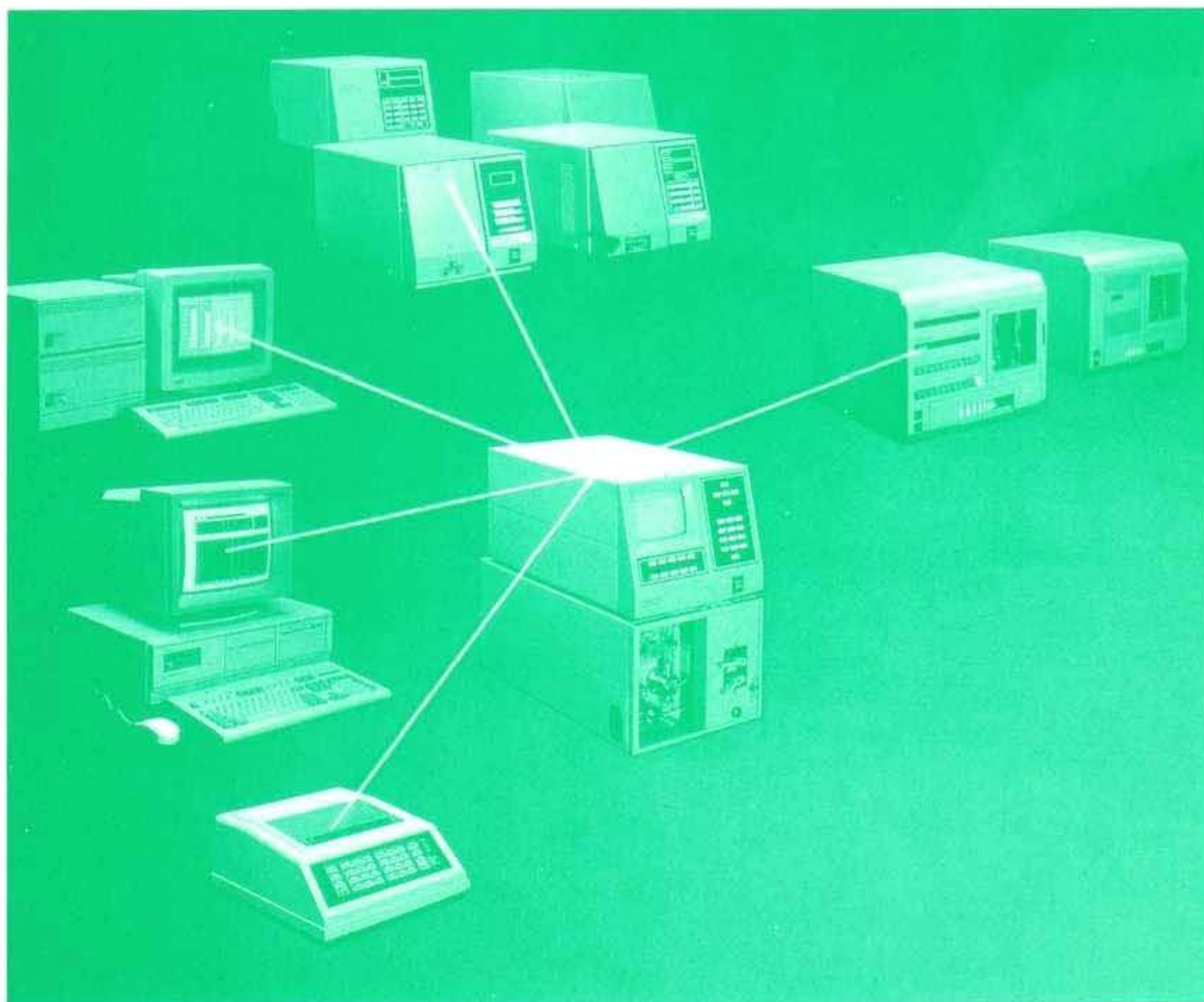
contacto con la División de Cromatografía Waters de Millipore Ibérica, s.a. en:

Enteza, 28 Entlo.  
08015 BARCELONA.  
Tel.: (93) 325 96 16

Avda. del Llano Castellano, 13.  
28034 MADRID.  
Tel.: (91) 729 03 00

**Waters**  
Division of MILLIPORE

# El poder de la Comunicación en HPLC



## Sistema Powerline Waters Intercomunicación de módulos cromatográficos

El sistema Powerline de Waters es un nuevo concepto de control y comunicación para cromatografía líquida, que se aplica a sistemas modulares o compactos Waters.

Los sistemas cromatográficos Powerline permiten el control de la programación de gradientes, inyección y parámetros de detección desde un sólo teclado, ya sea el del propio programador de gradientes, Waters 600E, u ordenador personal.

La interconexión entre los distintos módulos del sistema cromatográfico facilita la documentación e impresión de las condiciones de trabajo en el informe analítico.

Entre los detectores conectables al sistema Powerline se incluyen el de fotodiodos, los UV-VIS

programables multicanal o de un sólo canal y el de índice de refracción. El sistema Powerline puede incluir también muestreadores automáticos WISP y sistemas de tratamiento de Datos.

Para ampliar información, o asistir a una demostración, pongase en contacto con la División de Cromatografía Waters de Millipore Ibérica, S.A. en:

Entenza, 28 Entlo.  
08015 BARCELONA  
Tel. (93) 325 96 16

Avda. del Llano Castellano, 13  
28034 MADRID  
Tel. (91) 729 03 00



**Waters**  
Division of MILLIPORE



a4) Materials Science

— Organic Materials. Convener: G. Glöckner, Chemistry Department, Technical University, Dresden, German Democratic Republic.

*The Molecular Structure of Synthetic Organic Materials: Solution of Problems by Modern Analytical Chemistry.*

L. Sabbatini, Chemistry Department, University of Bari, Italy.

*Surface Spectroscopic Characterization of Advanced Polymer Materials.*

R. Kuhn, Bayer AG, Leverkusen, Federal Republic of Germany.

*Polymer Analysis: Determination of Molecular Parameters of Industrial Polymers in Relation to their Properties.*

— Inorganic Materials: Convener: G. Tölg, Institute for Spectrochemistry, Dortmund, Federal Republic of Germany.

H.M. Ortner, Metallwerk Plansee, Reutte, Austria.

*The Characterization of High Tech Materials: Perspectives, Challenges, Trends.*

a5) Arts and Archeology

Convener: Ch. Lahanier, Palais du Louvre, Paris, France

*Scientific Methods Applied to the Knowledge of the Works of Arts.*

b) Métodos en química analítica

b1) Atomic Spectroscopy

N. Omenetto, Commission of European Communities, Ispra, Italy.

*Laser Spectroscopy.*

B.V. L'Vov, Polytechnical Institute Leningrad, Soviet Union.

*Analysis of Solids by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry.*

A. Sanz-Medel, Chemistry Department, University of Oviedo, Spain.

*Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectroscopy.*

G. Hieftje, Chemistry Department, University of Indiana, Bloomington, USA.

*Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry.*

b2) Molecular Spectroscopy

J. Van der Greef, Tno-Civo Institute, Zelst, The Netherlands.

*New Developments in Mass Spectrometry with Emphasis on Hyphenated Approaches.*

P. Grosse, Institute for Physics, Technical University, Aachen, Federal Republic of Germany.

*Analysis of Thin Solid Films and Surfaces by Infrared Spectroscopy.*

b3) Separation Techniques

F.M. Everaerts, Technical University, Eindhoven, The Netherlands.

*High Performance Capillary Electrophoresis.*

P. Schoenmakers, Philips Research Laboratories, Eindhoven, The Netherlands.

*Mobile and Stationary Phases Supercritical Fluid Chromatography.*

P. Richter, Ciba-Geigy, Basel, Switzerland.

*MS-MS Applications in the Structural Analysis of Composite Samples.*

b4) Electrochemical Methods

K. Toth, Institute for General and Analytical Chemistry, Technical University, Budapest, Hungary.

*Potentiometric Chemical Sensors.*

Z. Stojet, Department of Chemistry, University of Warsaw, Poland.

*Submicroelectrodes: A New Approach in Electroanalytical Chemistry.*

b5) Sensors

O. Wolfbeis, Institute for Organic Chemistry, University of Graz, Graz, Austria.

*Opto-chemical Sensing - a Critical Review.*

Yu. G. Vlasov, Chemistry Department, Leningrad University, Leningrad, Soviet Union.

*Mosfet-Sensors.*

b6) Radiochemical and Nuclear Techniques

C. Vandecasteele, Institute for Nuclear Sciences, Gent, Belgium.

*Activation Analysis: Present Status in Relation to Other Analytical Techniques.*

b7) Thermal Analysis

P.K. Gallagher, AT&T Bell Laboratories, Murray Hill, USA

*Advancing Thermal Analysis in Response to the Increasing Demands.*

b8) Local and Surface Analysis

Jointly organized with the European Microbeam Analysis Society (EMAS).

P. Trebbia, Laboratoire de Physique des Solides, Université de Paris-Sud, Orsay, France.

*Local and Surface Analysis with an Analytical Electron Microscope.*

P. Van Espen, Universitaire Instelling Antwerpen (UIA), Center for Trace Analysis, Wilrijk, Belgium.

*Chemical Image Processing in Micro- and Surface Analysis.*

G.W.W. Smith, Department of Metallurgy and Science of Materials, University of Oxford, United Kingdom.

*Atom Probe Microanalysis.*

b9) Structure Analysis of Solids

R.J. Behm, Institute for Crystallography, University of Munich, Federal Republic of Germany.

*Scanning Tunneling Microscopy on Clean and Adsorbate Covered Metal Surfaces.*

E.J. van Loenen, Philips Research Laboratories, Eindhoven, The Netherlands.

*Scanning Tunneling Microscopy on Semiconductor Surfaces.*

T. Murata, Kyoto University of Education, Kyoto, Japan.

*Synchrotron Radiation for Structure Analysis (Exafs and Xanes).*

b10) Immunoassay

J. Marchand, Cis Bioindustries, Gif-sur-Yvette, France.

*Techniques and Trends in Immunoassays.*

b11) Other Methods, e.g. Photometry, Kinetic Methods, Process Analysis, Flow Injection Analysis.

c) Sesiones especiales

c1) Sample Preparation for Inorganic and Organic Trace Analysis

Convener: G. Knapp, Institute for Analytical Chemistry, Microand Radiochemistry, Technical University, Graz, Austria.

*Mechanized Techniques for Sample Decomposition and Element Preconcentration.*

U. Brinkman, Department of Analytical Chemistry, Free University Amsterdam, The Netherlands.

*On-line Selective Sample Handling for HPLC.*

c2) Computer Based Analytical Chemistry - COBAC V

Conveners: W. Wegscheider, Institute for Analytical Chemistry, Micro- and Radiochemistry, Technical University, Graz, Austria.

D.L. Massart, Pharmaceutical Institute, Free University, Brussels, Belgium.

H.J.G. Debets, Unilever Research Laboratorium, Vlaardingen, The Netherlands.

*Chemometrical Applications in Industrial Food Research.*

c3) Quality Assurance in Analytical Chemistry

Convener: B. Griepink, Community Bureau of Reference, EEC, Brussels, Belgium.

W.F. Cofino, Ministerie van verkeer en waterstraat, The Hague, The Netherlands.

*What is Quality Control?"*

P. Schramel, Gesellschaft für Strahlen- und Umweltforschung, Neuherberg, Federal Republic of Germany.

*Quality Control in Inorganic (Environmental) Trace Analysis.*

E. Wells, Marine Laboratory, Aberdeen, United Kingdom.

*Do not Guess, whether Your Results are Okay - Reference Materials in Organic Trace Analysis.*

D.T.E. Hunt, Water Research Center Medmenham, United Kingdom.

*Interlaboratory Analytical Quality Control with Particular Reference to Environmental Analysis.*

K. Heydorn, Riso National Laboratory, Isotope Division, Roskilde, Denmark.

*How to Detect Errors in Your Own Analytical Results before Others Do it for You.*

B. Broderick, Namas Executive, national Physical Laboratory, Teddington, United Kingdom.

*Laboratory Accreditation: An Established Scheme.*

F.T. Smyth, Irish Laboratory Accreditation Board, Dublin, Ireland.

*How to Start a National Testing Laboratory Accreditation System - the Irish Experience.*

W.A. Horwitz, Center for Food Safety and Applied Nutrition, Department of Health and Human Services, Washington, USA.

*The Role of IUPAC in the Harmonisation of Collaborative Testing and Quality Assurance Systems in Chemical Analysis.*

J.G. van Raaphorst, ECN, Petten, The Netherlands.

*Is there a Hierarchy of Methods?*

W. Merz, Basf AG, Ludwigshafen, Federal Republic of Germany.

*Industrial Experience with Good Laboratory Practice.*

P. Griepink, Community Bureau of Reference, EEC, Brussels, Belgium.

*Role of BRC: Good Results can be Obtained.*

B. the Nijenhuis, International Biosynthetics, Rijswijk, The Netherlands.

*Specialized Education in Analytical Chemistry at University Level in Europe 1992 and beyond - a Standpoint from Industry.*

#### c4) Education and Training in Analytical Chemistry

Convener: R. Kellner, Institute for Analytical Chemistry, Technical University of Vienna, Austria.

*Report of the WPAC Study Group: Education in Analytical Chemistry at University Level 1989/90 - Update and Reflections.*

J. Grasselli, Ohio University, Athens, USA.

*Basic Education in Analytical Chemistry at University Level - Industrial Needs 2000 from a US - Standpoint.*

<p>Para solicitar más información, escribir a: Eva M. Schaup, Interconvention, Austria Center Vienna, A-1450 Vienna, Austria, Télex 11 12 22, Fax 43-222-2369 648.</p>
--

La línea de HPLC KONTRON serie 400 puede ofrecer una solución instrumental adecuada para cada análisis cromatográfico, gracias a la modularidad de su diseño.

Desde el detector espectral 430, el más rápido del mundo (captura espectros con velocidad de barrido de 60.000 nm/min.) hasta los versátiles autoinyectores 460 y 360, KONTRON serie 400 ofrece sistemas analíticos, microbore y preparativos, en titanio o en acero inoxidable, con formación de gradientes en alta o baja presión. Con una completa gama de detectores: espectrofotométricos UV, UV-VIS, espectrales, espectrofluorimétricos, electroquímicos, conductimétricos, refractométricos y espectrómetros de masas.



Una de las principales ventajas de nuestros sistemas reside en los softwares de control del equipo e integración. Controlando hasta 12 módulos e integrando de 2 a 6 canales simultáneos independientes, los softwares Datapack 450 multitarea e Integration Pack, ponen a su alcance una nueva dimensión en HPLC.

**KONTRON HPLC: UNA PERFECTA SOLUCION A SU MEDIDA**



 **KONTRON**  
INSTRUMENTS

# Informaciones

Durante la última semana del mes de junio tuvo lugar en Estocolmo el *13th Symposium on Column Liquid Chromatography*, al que acudieron más de mil participantes de todo el mundo.

Las comunicaciones se desarrollaron tanto en forma oral como de *posters* y estuvieron agrupadas en los siguientes temas:

- *Chemometrics and Chromatography.*
- *Biomedical Applications.*
- *Progress in Detection Techniques.*
- *Field Flow Fractionation and Related Techniques.*
- *Quantitative Structure Retention Relationships.*
- *LC/MS - NMR - IR.*
- *Chiral Separations.*
- *Biopolymer Separations.*
- *Computers and Chromatography.*
- *LC - Techniques in Neurochemistry.*
- *Preparative Chromatography.*
- *Supercritical Fluid Chromatography.*
- *Capillary Liquid Chromatography and Electrophoresis.*
- *Novel Solid Phases.*
- *Retention mechanisms.*
- *Polymer Separations.*
- *Coupled Columns Separations.*
- *Novel Approaches of Solid Phases.*
- *LC - Techniques in Metabolism and Related Areas.*
- *Pharmaceutical Applications.*
- *Environmental and Food Analysis.*
- *Instrumentation.*

Es de destacar el interés de los trabajos presentados dentro de los anteriores bloques así como el de las conferencias plenarias pronunciadas por destacados especialistas. Hay que resaltar también el desarrollo de las animadas sesiones de discusión, tanto por el número como por la calidad de los participantes.

La organización en general puede considerarse buena, si bien sería de desear que en futuras reuniones se le dedicara más tiempo y sobre todo más espacio a las sesiones de *posters*.

El congreso finalizó con las invitaciones tanto por parte del Dr. Karger, de Northeastern University, para asistir al próximo *Symposium on Column Liquid Chromatography*, que tendrá lugar en mayo de 1990 en Boston (U.S.A.), como por parte del Dr. Erni, de Sandoz Ltd, para participar en el siguiente simposio a celebrar en Europa y que se desarrollará en junio de 1991 en Basilea (Suiza).

Los actos científicos estuvieron acompañados por actos sociales entre los que se encuentra la recepción ofrecida en el City Hall y la cena celebrada en el Gran Hotel que permitieron establecer relaciones cordiales entre los participantes.

A. Crego

## FORUM'89: UN PUNTO DE ENCUENTRO DE AUTENTICO EXITO

Los días 14 y 15 del pasado mes de noviembre se ha celebrado en Barcelona, en el hotel Princesa Sofía, la tercera edición del Fórum de Analítica, organizado por Hewlett-Packard Española que ha constituido un auténtico éxito tanto a nivel científico como de participación.

El Fórum de Analítica ha sido concebido como *punto de encuentro* de todos quienes se sientan interesados en la química analítica y deseen intercambiar conocimientos y experiencias.

En la presente convocatoria, los ciclos de conferencias se programaron divididos por áreas de mercado:

- Alimentación.
- Productos farmacéuticos/clínica.
- Medio ambiente.

Las presentaciones estuvieron a cargo de científicos españoles y extranjeros, especializados en cada uno de los temas antes indicados y de acuerdo con el siguiente programa:

### **Día 14 de noviembre: sesión dedicada a alimentación**

Moderador: Prof. Dr. P. Sandra.

- 09,30 h. Presentación del Fórum'89 y de los conferenciantes de la sesión, por M.A. López-Sánchez, director de la División de Química Analítica de Hewlett-Packard Española.
- 09,45-10,30 h. *Nuevas soluciones cromatográficas para el análisis de aceites y grasas*, por el Dr. F. Centrich, Laboratorio Municipal de Barcelona.
- 10,30-11,15 h. *Capillary Chromatography in the Food Industry*, por el Dr. P. Sandra, del Research Institute for Chromatography, Bélgica.
- 11,15-11,45 h. Café.
- 11,45-12,00 h. *Detección multielemento en GC: El detector de emisión atómica*, por el Dr. Carlos Barceló, División de Química Analítica, Hewlett-Packard Española.
- 12,00-12,45 h. *Aplicación de la HPLC a la detección de residuos farmacológicos en animales destinados al consumo humano*, por la Dra. Thea Reuvers, Centro Nacional de Alimentación y Nutrición, Madrid.

### **Sesión dedicada a productos farmacéuticos/clínica**

Moderador: Dr. E. Gelpí

- 15,00 h. Presentación del Fórum'89 y de los conferenciantes de la sesión por M.A. López-Sánchez, director de la División de Química Analítica de Hewlett-Packard Española.
- 15,15-16,00 h. *Aplicaciones clínicas y biomédicas de técnicas instrumentales en estudios de biosíntesis y metabolismo de lípidos a nivel celular*, por el Dr. Gelpí, Departamento de Neuroquímica, Centro de investigación y Desarrollo (C.S.I.C.), Barcelona.

- 16,00-16,45 h. *Análisis de multicomponentes y calibración multivariada mediante espectroscopia UV/VIS para aplicaciones farmacéuticas*, por el prof. Dr. M. Blanco, Facultad de Ciencias, Dpto. de Química Analítica, Universidad Autónoma de Barcelona.
- 16,45-17,00 h. Café.
- 17,00-17,45 h. *Análisis de diuréticos por HPLC/MS*, por el Dr. J. Segura, Institut Municipal d'Investigació Mèdica, Barcelona.
- 17,45-18,30 h. *El análisis por inyección en flujo (FIA) en química biomédica y clínica*, por el prof. Dr. M. Valcárcel, Facultad de Ciencias, Dpto. de Química Analítica, Universidad de Córdoba.

#### **Día 15 de noviembre: sesión dedicada al medio ambiente**

Moderador: Dr. J. Albaigés.

- 09,30 h. Presentación del Fórum'89 y de los conferenciantes de la sesión, por M.A. López-Sánchez, director de la División de Química Analítica de Hewlett-Packard Española.
- 09,45-10,30 h. *La higiene industrial: una técnica de protección del medio ambiente*, por el Dr. X. Guardino, Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo, Barcelona.
- 10,30-11,15 h. *Los microcontaminantes orgánicos en aire y aguas: técnicas de muestreo y análisis*, por el Dr. J. Albaigés, Centro de Investigación y Desarrollo (C.S.I.C.), Barcelona.
- 11,15-11,45 h. Café.
- 11,45-12,30 h. *Micro Chromatography in Environmental Analysis*, por el Dr. P. Sandra, del Research Institute for Chromatography, Bélgica.
- 12,30-12,45 h. *Detección multielemento en GC: El detector de emisión atómica*, por el Dr. Carlos Barceló, División de Química Analítica, Hewlett-Packard Española.
- 12,45-13,30 h. *Microcontaminantes orgánicos en el medio acuático. Proyecto COST 641 de la Comunidad Económica Europea*, por el Dr. R. Sánchez-Crespo, Confederación Hidrográfica del Guadiana, Ciudad Real.

La División de Química Analítica de Hewlett-Packard Española quiere desde aquí agradecer la gran acogida dispensada por todos los participantes en el Fórum'89, así como sus comentarios tan favorables respecto a su nivel científico y de organización e invitarles a que participen en la próxima edición del Fórum de Analítica, que tendrá lugar en Madrid, durante el mes de octubre de 1990 y del que les mantendremos debidamente informados.



# Empresas colaboradoras

## PROTECTORAS

- 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.  
Ctra. Cerdanyola, 65-67  
08190 SANT CUGAT DEL VALLES  
(Barcelona)
- PERKIN ELMER HISPANIA, S.A.  
General Vives, 25-27  
08017 BARCELONA

## ASOCIADAS

- BECKMAN INSTRUMENTS ESPAÑA, S.A.  
Avda. del Llano Castellano, 16  
28034 MADRID
- CES ANALITICA, S.A.  
Santa Engracia, 141, 1º  
28003 MADRID
- CHEMICONTROL, S.L.  
Avda. de Filipinas, 46  
28003 MADRID
- CHROMPACK  
Avda. de América, 58  
28028 MADRID
- INSTRUMATIC ESPAÑOLA, S.A.  
Pº de la Castellana, 127, 2º A  
28046 MADRID
- IGODA, S.A.  
General Martínez Campos, 41-3º  
28010 MADRID
- IZASA, S.A.  
Ctra. Madrid-Irún, Km. 12,300  
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
- MILLIPORE IBERICA.  
DIV. CROMATOLOGRAFIA 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 METALICOS  
Plaza de Cronos, 5  
28037 MADRID
- SUGELABOR  
Sierra Toledana, 17  
28038 MADRID

## HUCOA-ERLÖSS, S.A., EMPRESA PROTECTORA

En el último número de CTA, incluimos a Hucoa-Erlöss, S.A. como empresa asociada en lugar de empresa protectora, como le corresponde, dentro de la lista de empresas colaboradoras. Pedimos disculpas a Hucoa-Erlöss, S.A. por el error.

## Novedades técnicas

*Hucoa-Erlöss S.A.*

### **APORTACION DE LA BRIGHAM YOUNG UNIVERSITY A LA CROMATOGRAFIA CON FLUIDOS SUPERCRITICOS**

El nombre de Lee Scientific y de la Brigham Young University ha quedado vinculado a este nuevo método analítico, a través de la patente U.S. núm. 4,479,380, que ha reivindicado la cromatografía capilar con fluidos en condiciones supercríticas. Una consecuencia práctica de este hecho estrictamente científico, ha sido la creación de Lee Scientific, que ha desarrollado una patente internacional para su "Porous Frit Restrictor" que, unido al trabajo con capilares, les da una posición predominante en esta técnica.

### **LA SERIE 600 LEE SCIENTIFIC**

Las patentes aludidas se han desarrollado en un conjunto cromatográfico que merece ser descrito sumariamente.

1. El cromatógrafo Lee es un conjunto modular que incluye: bomba, estufa y unidades de control. Puede trabajar como un cromatógrafo para fluidos supercríticos (SFC), cromatógrafo de gas (GC), o independientemente como sistema alimentador (FDS) para SFC y/o extractor supercrítico (SFE).

2. La bomba tipo jeringa no pulsante, de 316 acero inoxidable y nitro-nics, está provista de una camisa refrigerada. Con un volumen de 150 ml, puede alcanzar 415 atmósferas a velocidades comprendidas entre 0,1 y 150 atm/min. Equipada con válvula selector de línea, permite su llenado a partir de cualquier fuente de gas o líquido.

3. La estufa puede alojar columnas capilares o de relleno. Puede calentarse a velocidad de 1-50 °C/min y enfriar a más de 70 °C/min, con un límite en calefacción de 400 °C y una precisión de  $\pm 0,25$  C.

4. La estufa incorpora en su parte superior alojamientos para detectores de todo tipo, y dispositivos de control neumáticos y de temperatura. También están previstas conexiones para U.V., FTIR y MS.

5. El sistema de inyección es activado neumáticamente (helio) con una válvula rotatoria que puede trabajar en menos de 20 msec en las modalidades "split", "timed-split" e inyección directa.

6. El módulo de control está constituido por un PC compatible, que incorpora un software secundario y que incluye la operación tanto en la modalidad SFC como GC, controla todos los parámetros deseados y recoge absolutamente toda la información, que puede ser representada a voluntad del operador. Puede almacenar hasta mil métodos de trabajo. Adicionalmente, el operador puede recuperar el control manual del sistema sin abortar el actualmente utilizado.

7. La seguridad de todo el sistema está cuidadosamente garantizada.

8. La serie Lee Scientific 600 obviamente puede trabajar como cromatógrafo capilar con fluidos supercríticos.

Laboratorio de Aplicación de Hucoa-Erlöss, S.A.

### **ANALISIS DE LAS AGUAS MINERO-MEDICINALES**

Aunque parezca extraño para un químico analista actual, el estudio de las aguas minero-medicinales ha te

nido notable influencia en el desarrollo de las técnicas analíticas. Ya en 1784, L.B. Guyton de Morveau, en "Nouveaux Memoires de l'Academie de Dijon", imponía la bureta para determinar el ácido mefítico (CO<sub>2</sub>) en las aguas minerales. Nada menos que Berthollet, en 1789, publicaba los métodos para determinar volumétricamente los cloruros en las aguas.

Algo más tarde, aparece uno de los primeros trabajos sistemáticos de la química analítica "An essay on the analysis of mineral waters", escrito, no por un químico, sino por un abogado hidrólogo.

El interés suscitado en el siglo XVIII por el estudio de las aguas minerales, tiene en la actualidad extraordinario desarrollo, no sólo en la tipificación de las aguas minero-medicinales, sino en la calificación de un bien escaso como es el agua.

Limitando el problema a las aguas minero-medicinales, se hace necesario analizar una serie de aniones, normalmente, cloruro, sulfato, bicarbonato, fluoruro y nitrato, y de cationes, como sodio, potasio, calcio, magnesio y litio, mínimo indispensable para conocer las características del agua y deducir su posible utilización terapéutica.

Para valorar por métodos convencionales estos iones, se requieren técnicas diferentes, a veces tediosas. Será preciso el empleo de gravimetrías, volumetrías, quelatometrías, espectrofotometría, electrodos específicos y absorción atómica.

La necesaria conjunción de los resultados obtenidos por diferentes métodos analíticos, complica los análisis, ya que, cada método tiene su sensibilidad. Un sistema de análisis que utiliza un sólo método para todos los iones, haría más coherente y exacto el resultado.

Al mismo tiempo es conveniente hacer notar, que la ejecución de un

análisis por los métodos convencionales, puede suponer unas 24 horas de trabajo.

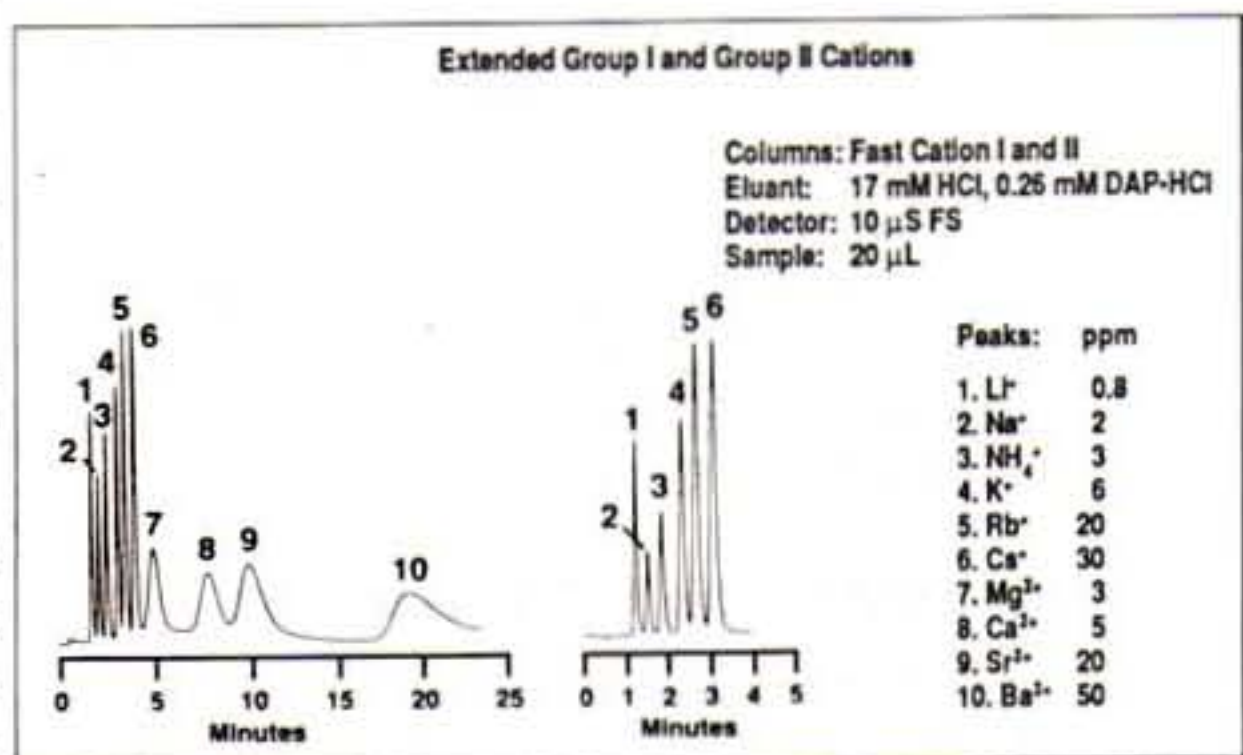
A tan laborioso proceso, la cromatografía iónica ha dado una respuesta no sólo elegante, sino de gran eficacia económica, al reducir el tiempo de análisis completo a minutos, sin práctica inversión en reactivos.

En un reciente trabajo presentado en el XXXI Congreso Internacional de Hidrología en Madrid, se ha demostrado la eficacia de la cromatografía iónica Dionex en el análisis de cinco aguas minero-medicinales:

- Font-Vella
- Fontenova
- Solan de Cabras
- Fontemilla
- Lanjarón

Un ejemplo de los cromatogramas y de la estricta equivalencia estequiométrica entre los aniones y los cationes se ofrece a continuación.

Tan cortos tiempos de análisis pueden mejorarse todavía con el uso de las columnas FAST de Dionex, que reducen un complicado análisis de diez cationes a menos de diez minutos.



(Resumen del trabajo presentado en el XXXI Congreso Internacional de Hidrología en Madrid, por el laboratorio de aplicaciones de Hucoa Erlöss, S.A.).

# PERKIN-ELMER

## NUEVO DETECTOR UV PROGRAMABLE PARA CROMATOGRAFIA LIQUIDA

Perkin-Elmer ha lanzado al mercado un nuevo detector de doble longitud de onda, programable, en tecnología de fotodiodos, denominado LC-135. Hermano pequeño del popular LC-235, prescinde de las posibilidades espectroscópicas de éste, para reducir muy sensiblemente su precio.

Utilizando un plotter GP-100, o con el integrador LCI-100 proporciona automáticamente el índice de pureza de cada pico, así como la longitud de onda de máxima absorbencia. Puede convertirse a LC-235.

### Perkin-Elmer adquiere Nelson Analytical

Perkin-Elmer Corporation, de Norwalk, Connecticut, y Nelson Analytical, Inc., de Cupertino, California, han firmado un contrato en el cual Perkin-Elmer adquiere Nelson mediante una fusión de las dos compañías.

Nelson Analytical es una de las compañías más importantes en sistemas de tratamiento de datos para cromatografía.

La fusión proporcionará recursos financieros y una más amplia red de distribución a Nelson y aportará sus conocimientos en tratamiento de datos a Perkin-Elmer.

### Espectrómetro ICP-Masas Elan

El Elan Sciex de Perkin-Elmer es un espectrómetro de plasma con acoplamiento inductivo-masas (ICP-MS) diseñado para la determinación rápida de varios elementos de especies elementales a bajas concentraciones. Las principales aplicaciones se encuentran en las áreas del medio

ambiente, geoquímica y de fabricación de semiconductores. De los 75 elementos determinables por el Elan, por lo menos 65 presentan unos límites de detección de 1 microgramo/litro o menores. Una serie de 20 elementos puede ser determinada en un tiempo de uno a tres minutos, dependiendo de la precisión requerida. Los espectros obtenidos de las muestras son sencillos y fáciles de interpretar debido a que el ICP-MS diferencia los elementos de acuerdo con sus masas. Con relación a los iones negativos, el Elan está capacitado para la determinación directa del cloro, flúor y bromo a concentraciones convenientes.

La capacidad del instrumento para la medida de isótopos también permite la cuantificación por dilución isotópica, lo que determina que este método pueda considerarse como uno de los más precisos de valoración disponibles. El Elan se controla por un microordenador por medio de una consola compuesta de una pantalla CTR en color y un teclado. Un paquete completo de software permite al analista aprovechar todas las ventajas del sistema ICP-MS.

### Cuantificador de micromuestras de DNA

Perkin-Elmer Cetus ha introducido un nuevo sistema denominado DNA Quant que proporciona a los biotecnólogos un método simple de cuantificación de proteínas y fragmentos de DNA en muestras tan pequeñas como 50  $\mu$ l.

El sistema consiste en un cartucho de software UV Biotech y una microcubeta de cuarzo diseñada para adaptarse al espectrofotómetro UV/VIS modelo Lambda 4B de Perkin-Elmer.

El conjunto de software y microcubeta permiten un rápido acceso a gran variedad de aplicaciones, que incluyen: relación de absorbancias A(260)/A(280), concentraciones de fragmen-

tos y portadores simples y dobles de DNA, RNA y oligómeros, concentración de proteína y ácido nucleico en mezclas simples...

El software UV Biotech es la última adición a la colección de cartuchos de software para aplicaciones específicas del Lambda 4B. La microcubeta de 50  $\mu$ l de cuarzo se maneja como las cubetas normales y se limpia fácilmente al poderse abrir por la parte superior.

### Sistema de amplificación de DNA

Con la revolucionaria técnica PCR (Polymerase Chain Reaction) es posible amplificar, in vitro, una secuencia de DNA hasta 100.000 veces y en un tiempo de horas en contraste con los días que se requieren con los métodos convencionales de amplificación. La técnica es válida tanto para la DNA genómico como para el clónico.

Perkin-Elmer Cetus se complace en presentar su sistema de amplificación de DNA con el que consigue optimizar la velocidad y eficiencia de la técnica.



### NUEVO DETECTOR ELECTROQUIMICO CON ELECTRODO DESECHABLE

La compañía Hewlett-Packard anuncia el lanzamiento de una nueva incorporación a su ya amplia gama de detectores para HPLC: el Detector Electroquímico Programable HP 1049A que puede ser utilizado en análisis normalmente problemáticos para la detección electrolítica, tales como carbohidratos y catecolaminas. Sus áreas principales de aplicación son los laboratorios farmacéuticos, clínicos, de medio ambiente y de alimentación.

Se han incorporado una serie de prestaciones especiales para superar los efectos negativos del inconveniente inherente a la detección electroquímica (ECD): la contaminación del electrodo operativo. Un electrodo contaminado lleva rápidamente a la pérdida de respuesta cromatográfica y a la inestabilidad de la línea de base. La solución convencional es limpiar el electrodo o, de ser necesario, sustituir la celda completa del mismo.

El HP 1049 ofrece dos fórmulas para resolver este problema:

1. El electrodo de trabajo puede ser pre-tratado para su autolimpieza electroquímica previa a cada análisis. Esto elimina la tarea de limpieza mecánica del electrodo y prepara la celda para conseguir una respuesta cromatográfica óptima.



2. Sustitución del electrodo. El electrodo de trabajo puede ser sustituido con independencia del resto de la celda, sin necesidad de utilizar herramientas especiales. El electrodo tiene un diámetro de tan solo 8 mm. y los fabricados con el material más común, carbón, son lo suficientemente baratos como para ser desechados tras su uso.

Para aplicaciones especiales hay electrodos de oro o platino opcionales que pueden ser intercambiados fácilmente desde el panel frontal del instrumento.

El detector HP 1049A es el indicado para aplicaciones tales como análisis de carbohidratos y alcoholes, ya que al llevar incorporado un modo de operación de impulso, el electrodo se mantiene limpio durante el análisis cromatográfico. Otros detectores de este tipo no son normalmente adecuados para estas aplicaciones, ya que el electrodo operativo se contamina rápidamente con productos reactivos.

Con el HP 1049 unido a instrumentación HPLC de Hewlett-Packard pueden analizarse catecolaminas en tejido, suero, plasma y orina a niveles por debajo de los cinco picogramos. Incorpora grandes prestaciones en cuanto a automatización lo que hace posible realizar análisis de rutina sin operador.

Otras aplicaciones especialmente adecuadas para el HP 1049A incluyen el análisis de fenoles, tioles, residuos de pesticidas, aminas aromáticas, tales como las benzidinas y oxidantes industriales.

### **EL NUEVO SOFTWARE HP PARA AUTOMATIZACION DE LABORATORIO AUMENTA EL RENDIMIENTO DEL SISTEMA DE TRABAJO PARA CROMATOGRAFIA**

La compañía Hewlett-Packard acaba de presentar la primera gran revisión del software para su sistema de trabajo para cromatografía HP 3359A (sistema de automatización de laboratorio). El nuevo paquete es un producto multi-instrumento y multi-usuario diseñado especialmente para aquellos laboratorios con gran volumen de análisis de rutina.

El nuevo software presenta algunas mejoras, que sin duda, aumentarán la productividad del laboratorio en lo que se refiere a los análisis por cromatografía de gases y líquidos.

### **Mayor capacidad de almacenamiento de datos**

La capacidad para almacenar datos importantes ha sido potenciada. Un nuevo sistema de gestión de disco automatizado permite la selección automática de ficheros de acceso poco frecuente para su purga de modo que se evite la acumulación de datos no deseados. La unidad de disco de 304 Megabytes HP 7959 duplica la capacidad de almacenamiento del sistema y proporciona un más rápido almacenamiento y acceso a los datos.

### **Operación más rápida**

El nuevo integrador, más potente, hace que los informes y la integración se realicen más rápidamente.

El monitor del sistema de trabajo muestra en pantalla la información sobre la situación presente del sistema mientras el dato analítico está siendo reprocesado manualmente; esto permite al operador hacer seguimiento del progreso del análisis.



## Más aplicaciones

El nuevo software soporta en el HP 3359 otras aplicaciones de HP. La destilación simulada por cromatografía de gases determina la distribución de puntos de ebullición de muestras desconocidas de modo que permite un mayor fraccionamiento de productos de petróleo.

El software CLP Plus de HP simplifica y agiliza todo el proceso de análisis, revisión y de emisión de informes de datos del total de productos orgánicos exigidos por el Programa de la Agencia de Protección del Medio Ambiente USA.

## Mayor capacidad de *networking*

Las posibilidades de *networking* han sido potenciadas con un paquete opcional. Además de la posibilidad, ya existente, de transferir datos y archivos hacia y desde el HP 3359A, los usuarios pueden ahora acceder a otros ordenadores HP o no-HP desde el sistema a través de una red local de trabajo; por su parte, otros ordenadores pueden acceder al HP 3359.

**KONIK** INSTRUMENTS, S.A.  
Especialistas en cromatografía y técnicas afines  
Specialists in chromatography and ancillary techniques

## KONIK EN CROMATOGRFIA DE GASES

### a) Nuevo inyector capilar Multimodo a flujo constante con purga de septum

Como consecuencia del trabajo desarrollado dentro de su Departamento de I&D, Konik tiene completamente diseñado y en fase de lanzamiento un nuevo Inyector Multimodo perfectamente optimizado para el trabajo con columnas capilares y/o con columnas de relleno convencionales en sus dos modos (split/splitless) y que además incorpora un nuevo sis-

tema de flujo constante, con purga de septum programable desde el microprocesador del cromatógrafo.

El sistema de inyección es óptimo para el análisis con detección selectiva evitando la influencia de la purga de septum sobre el resultado cuantitativo.

### b) Primicia mundial: nuevo sistema Konik de espacio de cabeza dual estático y dinámico "K-90PT-HS"

La investigación de Konik en la técnica de espacio de cabeza *Purge and Trap*, de tanta aplicación en distintos campos: alimentación, medio ambiente, farmacéutico, etc..., ha culminado en un nuevo sistema *Purge and Trap* (PTA) Dual, Estático y Dinámico.

Supera todos los demás diseños disponibles ya que engloba dentro de un único equipo y perfectamente adaptable a cualquier puesto de inyección, las dos técnicas: espacio de cabeza estático y concentración por *Purge and Trap* (dinámico) incorporando nuevos conceptos en el diseño y en la automatización de los ciclos de análisis, que permiten además de la flexibilidad y versatilidad apuntada, un mayor rendimiento, sensibilidad y reproducibilidad. En etapa final de experimentación los nuevos K-90 PT-HS, serán presentados en la conferencia anual de la Asociación Americana de Química (ACS Pittsburg Conference) a celebrar en Nueva York la primera semana de marzo.

## KONIK EN CROMATOGRFIA DE LIQUIDOS

El modelo Konik KNK-500 HPLC, con capacidad de formación de gradientes de cuatro disolventes, ha incorporado desde su lanzamiento en 1985 una serie de conceptos y características, que han sido continuamente perfeccionadas durante este primer lustro, alguna de ellas *redescubiertas* con posterioridad por otros fabricantes.

Sin embargo, según nuestra información, aún ninguna de las unidades ofrecidas en el mercado, reúne a la vez las características de un KNK-500 HPLC, tales como:

1. Sistema isocinético de suministro de flujo de eluyente y compensación de compresibilidad.

2. Horno de columnas con control incorporado a través del microprocesador estándar con capacidad de termostatación de la válvula de inyección.

3. Sistema de conmutación de columnas, controlado, asimismo, por microprocesador, que permite análisis seriados de diferentes muestras en diferentes tipos de columnas, de modo totalmente automático.

4. Sistema de conmutación de detectores. Complementa la anterior, incrementando el número de combinaciones *muestra-columna-detector* de forma automática.

Paralelamente al crecimiento del mercado de HPLC y a la experiencia conseguida por un amplio número de usuarios de nuestro país, las ventajas inherentes a las características descritas son cada día más apreciadas por los cromatografistas más exigentes. Estas ventajas son, entre otras:

— Control de la influencia de la temperatura sobre la constante de reparto y por tanto de los tiempos de retención, tiempo total de análisis y optimización de la reparación crítica de pares de solutos insuficientemente resueltos.

— Mejora absoluta en la reproducibilidad de los tiempos de retención.

— Mejora de la solubilidad de las muestras, permitiendo utilizar disolventes óptimos para determinados detectores y columnas.

— Posibilidad de realizar mayor número de análisis por unidad de tiempo y de forma totalmente automática.

— Disponibilidad del cuarto eluyente para procesos que incluyan la regeneración automática de la columna, desarrollo de métodos y siempre que se desee realizar automáticamente y de modo secuencial diferentes análisis que requieran columnas y fases móviles diferentes.

## **KONIK EN ESPECTROMETRIA DE MASAS**

### **Quadrupolos de bajo costo**

El grupo Konik ofrece una amplia gama de analizadores cuadrupolares con rango de masas desde 200 a 4.000 amu y precios a partir de 2.500.000 pesetas.

Konik facilita los cuadrupolos de rango inferior aplicables al análisis de gases residuales, control de contaminantes atmosféricos, control de procesos en laboratorios y planta fermentadores, gases respiratorios y en las típicas aplicaciones de análisis cualitativos y cuantitativos orgánicos.

Se suministran como unidades integradas, enlazadas a cromatógrafos, con bancadas de vacío Edwards y software específico de aplicaciones hecho a la medida.

El grupo Konik ha suministrado durante el pasado ejercicio varias unidades ensambladas, verificadas y adaptadas a soluciones específicas en nuestra planta de Sant Cugat del Vallés.

La experiencia obtenida por el grupo Konik en los últimos seis años, habiendo conseguido un parque de más de 40 espectrómetros de masas de distintos tipos, ha permitido realizar desarrollos tecnológicos propios en esta especialidad, haciendo posible una oferta más atractiva en precios y un soporte técnico de primer orden. Con ello Konik contribuye a desmitificar los conceptos de alto costo y enorme complejidad asociados hasta ahora a la técnica de espectrometría de masas.



## KONIK EN SISTEMAS DE CONCENTRACION DE MUESTRAS

Ha sido introducido recientemente por nuestra representada Edwards High Vacuum, un nuevo liofilizador de sobremesa que sustituye con **enormes ventajas** a los rotoevaporadores para concentración de muestras.

Su bajo costo, capacidad de ampliación modular y demás características harán de este nuevo sistema una herramienta insustituible en todo tipo de laboratorios.

## CES analítica

Ces Analítica presenta la microcromatografía, la nueva orientación de la estrategia de Carlo Erba Instruments.

La microcromatografía incluye las mejores técnicas de separación basadas en columnas capilares y microempacadas, y en la utilización de fases móviles gaseosas, líquidas o de fluido supercrítico. Estas técnicas incluyen HRGC (cromatografía de gases de alta resolución), SFC (cromatografía de fluido supercrítico) y micro HPLC.

La microcromatografía ofrece mejoras sustanciales sobre los métodos cromatográficos convencionales en cuestiones como potencia, sensibilidad, posibilidad de utilizar variedad de detectores (universales y selectivos) de GC y LC, así como un fácil acoplamiento a otros sistemas de detección como MS y FTIR. El acoplamiento on-line de Micro HPLC a HRGC, que permite el análisis de compuestos traza en condiciones originales, es un magnífico ejemplo de las enormes posibilidades que ofrece la microcromatografía.

La microcromatografía no sólo necesita precisos sistemas de inyección, separación y bombeo, que son constituyentes vitales del sistema analítico; también exige una alta cualificación en las áreas de automuestreadores, tratamiento de datos y detección.

Carlo Erba ha desarrollado recientemente una línea de instrumentos dedicada exclusivamente a la microcromatografía:

— HT Mega HRGC (cromatografía gaseosa capilar de alta temperatura), para el análisis cuantitativo de mezclas de compuestos termoestables; desde compuestos muy volátiles hasta los de peso molecular elevado.

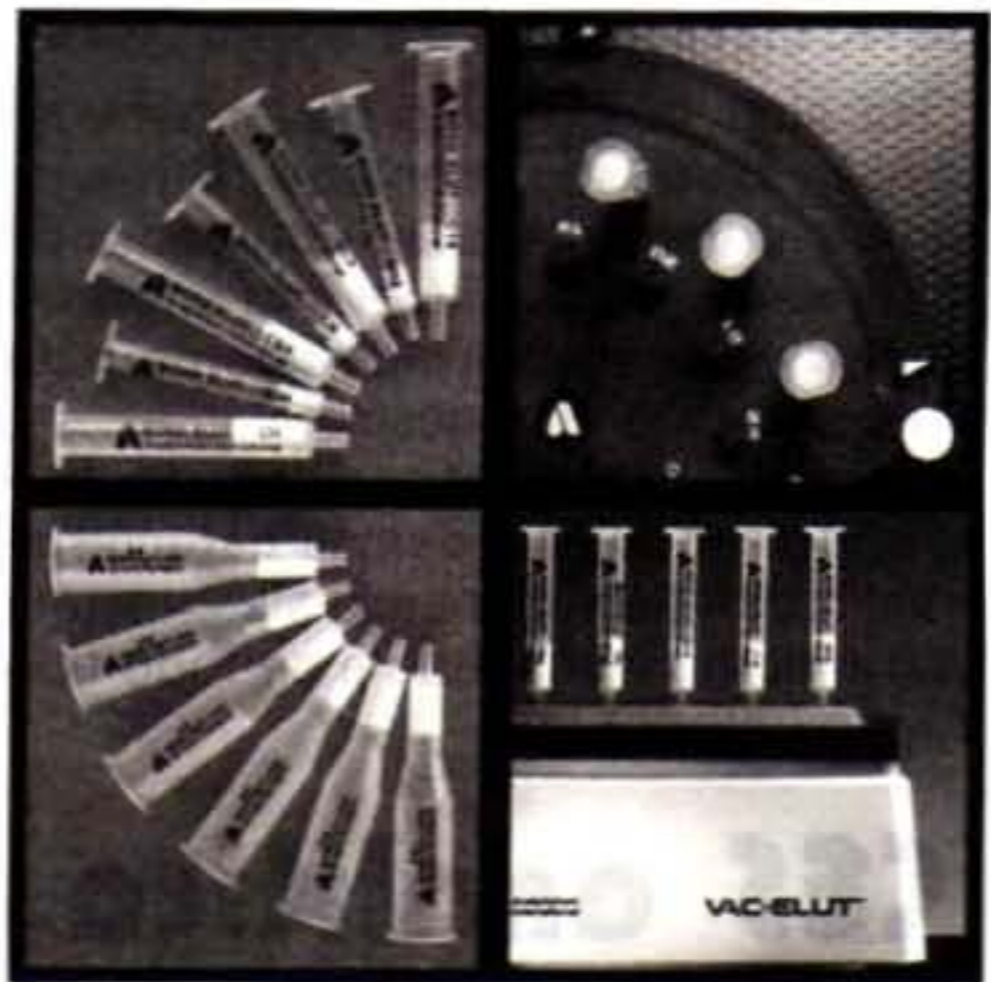
— SFC 3000 (cromatografía de fluido supercrítico), con detectores de cromatografía líquida o gaseosa para el análisis de compuestos termolábiles o de peso molecular relativamente alto. Utiliza fluidos supercríticos puros o mezclados.

— Sistema 20 Micro HPLC, con una bomba tipo jeringa de alta precisión, capaz de múltiples gradientes de elución a un flujo del orden de  $\mu\text{l}/\text{min}$ . (Phoenix 20) y un detector especial para determinaciones on-column (micro Uvis 20).

Estos sistemas establecen las bases para el desarrollo de nuevos métodos que serán capaces de aprovechar las ventajas de las técnicas microcromatográficas y abrirán camino a un uso más extendido de métodos de detección positivos como espectrometría de masas.

El acoplamiento de espectrómetros de masas a cromatografía de gases capilar, ha supuesto ya grandes ventajas analíticas y lo mismo puede esperarse del acoplamiento con otras técnicas como SFC o Micro HPLC.

Ces Analítica también quiere comunicar que el simulador de destilación de fracciones de petróleo, HT Sim Dist, de Carlo Erba Instruments ha sido presentado a la ASTM con el apoyo de Exxon y Total, con el fin de convertirse en un método oficial. Otro tanto ocurre con el analizador de compuestos oxigenados O-FID, que ha sido propuesto como método oficial de la CEE para determinar este tipo de compuestos en las gasolinas.



### **ANALYTICHEM: NUEVOS CARTUCHOS BOND-ELUT CERTIFY TM**

Analytichem International, empresa subsidiaria de Varian, líder mundial en sistemas de preparación de muestras, acaba de lanzar al mercado sus nuevos cartuchos Bond-Elut Certify, específicamente desarrollados para el análisis de drogas en el laboratorio. Los Bond-Elut Certify contienen una nueva fase estacionaria, única en el mercado, que permite la extracción selectiva de los distintos tipos de drogas —ácidas, básicas y neutras— de una forma rapidísima y totalmente fiable para su posterior análisis por GC o confirmación mediante GC/MS. El alto rendimiento de los nuevos Bond-Elut Certify, permite alcanzar, incluso los niveles mínimos especificados por el NIDA.

Con cada caja de Bond-Elut Certify se incluyen los métodos de preparación, con instrucciones precisas y detalladas paso por paso, para el análisis de las drogas de abuso en orina más habituales, como son: THC y sus metabolitos, cocaína y benzoylecgonina, anfetamina y metafetamina, feniclidina, opiáceos y barbitúricos.

Los métodos de preparación han sido específicamente optimizados para cada tipo de droga, con objeto de lograr los mejores resultados de extracción. Adicionalmente, y para una mayor rapidez, en cada método se incluye también una guía detallada para la preparación de las distintas soluciones de reactivos.

Con Bond-Elut Certify, cada extracción se realiza solo en unos pocos minutos, con la ventaja de alcanzar unos rendimientos mucho más altos que con una extracción líquido/líquido convencional, que además de no producirse convulsiones y evitar el contacto con disolventes peligrosos.

Por otra parte, con la unidad de procesamiento de muestras Vac Elut SPS 24, se puede realizar la extracción simultánea de hasta 24 muestras.

Los Bond Elut Certify se pueden adquirir en dos configuraciones: el popular cartucho LRC con capacidad para 10 ml. de muestra o bien en el cartucho estándar de 3 ml.

Para más información, dirigirse a:  
CHEMiCONTROL, S. L.  
División Técnicas Cromatográficas  
Avda. de Filipinas, 46  
Teléfonos: (91) 254 66 77/78  
28003 MADRID.

# BECKMAN

## P/ACE™ SYSTEM 2000

### SISTEMA DE ELECTROFORESIS CAPILAR

#### Introducción

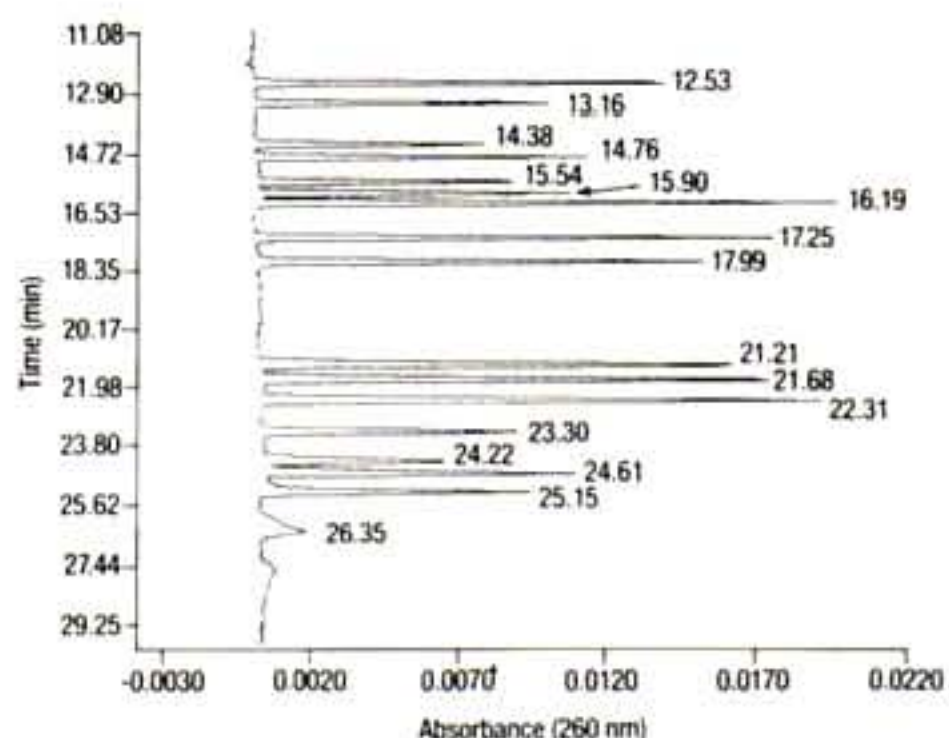
El P/ACE™ SYSTEM 2000 es el suceso más excitante y revolucionario de la electroforesis aparecido hasta la fecha. Introducido por Beckman en el 1th International Symposium on Capillary Electrophoresis celebrado en Boston y dos meses más tarde en el 13th Symposium on Column Liquid Chromatography (Stockholm), 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 2000?

P/ACE™ significa Electroforesis Capilar Preparativa/Analítica. El P/ACE™ System 2000 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 obtenida por HPLC.



Electroforegrama de 16 Derivados de Ácidos Nucleicos separados con el P/ACE™ System 2000. Para la adquisición de datos se empleó el Software de Cromatografía System Gold.

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 solo precisa inyectar entre 10 y 50 nanolitros.

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

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

El P/ACE™ System 2000 ha sido diseñado pensando en el futuro. El empleo de columnas capilares en *car-tucho* 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.

### **Pida hoy información del P/ACE™ System 2000**

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

Marqués de San Juan, 15-17  
Tel. (96) 347 64 09  
46015 VALENCIA

Sabino de Arana, 46-48  
Tel. (93) 339 97 16  
08028 BARCELONA

Francisco Rodríguez, 5  
Tel. (981) 66 47 24  
EL GRAJAL - LA CORUÑA

Avda. de Navarra, 49-51  
Tel. (976) 34 48 58  
50010 ZARAGOZA

## **MERCK**

### **SISTEMAS LICHROGRAPH: EL RESULTADO DE LA EXPERIENCIA**

Merck ha estado relacionada con la cromatografía desde sus inicios. La

HPLC se ha asociado al nombre de la compañía durante mucho tiempo. Merck es actualmente, líder europeo en el mercado de columnas y de fases estacionarias; como consecuencia de esto y de la constante investigación en estos campos, hemos desarrollado un conocimiento muy extenso en HPLC. Tomando principales objetivos la simplicidad, fiabilidad y rendimiento, Merck ha desarrollado el concepto LiChrograph en instrumentación.

Nuestras actividades en el campo farmacéutico y químico exigen el uso constante de técnicas cromatográficas; es por esto, que la posibilidad de ejercitar un diálogo sincero con usuarios de la compañía, ha conducido a una crítica constructiva y a una rápida optimización de estos productos. Conocemos perfectamente que requisitos son imprescindibles en cromatografía, a partir de nuestra experiencia como usuarios.

Merck ha estado comercializando el sistema de HPLC LiChrograph durante 5 años. Desde sus inicios, fue desarrollando como un concepto modular que incluía elución por gradientes, integración e inyección manual. Incluso aquellos primeros instrumentos, podrían hoy día, integrarse dentro de un sistema automático con el controlado por el HPLC-Manager.

El sistema de comunicaciones PAN fue el primer paso en el camino hacia la automatización. Todavía es utilizado en la actualidad, para la conexión inteligente de un inyector automático, bomba de gradientes e integrador.

Cada módulo incorpora los parámetros de trabajo propios del método analítico. El integrador es el elemento principal, siendo responsable de la emisión de informes, control del sistema, permitiendo operación sin atención directa del personal. Los datos cromatográficos se pueden almacenar

en el propio integrador o en un "floppy disk", para su posterior recálculo.

Actualmente el uso de un PC ha hecho que todas estas funciones sean más claras y simples. El PC muestra permanentemente el estado actual del sistema, elabora informes más completos y personalizados, al tiempo que no pone límites al almacenamiento de resultados.

Merck, presenta un software cromatográfico compatible con el modelo standard de PC, que puede controlar totalmente un sistema de HPLC y evaluar las señales procedentes de un detector bicanal: El HPLC-Manager.

#### **D-6000 HPLC-Manager**

La bomba inteligente L-6200 puede realizar eluciones isocráticas o de gradientes. Es posible elegir el método de mezcla para gradientes: binario en alta presión o termario en baja.

El HPLC-Manager le confiere al trabajo con inyector automático, la posibilidad adicional de las series de inyecciones. Cada muestra puede procesarse en cualquier orden, con número variable de repeticiones y con volúmenes de inyección distintos. La calibración se hace más fácil y flexible.

El detector programable L-3000 posibilita el control de la longitud de onda, autocero, y barrido espectral. La recepción simultánea de señales a dos longitudes de onda, permite que el HPLC-Manager efectúe controles de pureza; sumas o diferencias entre cromatogramas.

Asimismo, otros módulos del sistema tales como: colectores de fracciones; inyectores automáticos o controladores de gradientes, que no pertenecen a la familia LiChrograph, pueden estar perfectamente integrados dentro del entorno HPLC-Manager.

Detectores de cualquier tipo tales como: UV/VISA; fluorímetros; conductímetros y los electroquímicos, pueden añadirse para evaluación. Cualquier señal comprendida entre 1-1000 mV puede ser procesada.

Si desean una información más detallada o una demostración, no duden en ponerse en contacto con nuestras oficinas:

08100 Mollet del Vallés: Apdo. 47.  
Tel. (93) 593 31 04.

08018 Barcelona: Buenaventura Muñoz, 10 bis. Tel. (93) 485 06 59.

28010 Madrid: Gral. Martínez Campos, 41. Tel. (91) 410 34 48.

# Waters

Division of MILLIPORE

#### **NUEVO SISTEMA DE CROMATOGRAFIA LIQUIDA PARA BIOSEPARACIONES, WATERS 625**



La División de Cromatografía Waters de Millipore Ibérica ha presentado recientemente un equipo de HPLC especialmente diseñado para el bioquímico.

El Waters 625 incorpora en su diseño: materiales poliméricos, no metálicos, bajo dispersión para el trabajo con columna microbore, analítica o micro-preparativa. El sistema ha sido optimizado para las separaciones por intercambio iónico, afinidad, interacción hidrofóbica, gel filtración y fase reversa. Puede acoplarse detección UV/Vis incluidos los detectores por fotodiodos.

El Waters 625 LC puede trabajar en el rango de flujos de 0,01-5,0 ml/min con una presión límite de trabajo de 4.000 psi.

El cromatógrafo Waters 625 incorpora lavado automático de los émbolos de la bomba, mezclador de 4 tampones o eluyentes, tubuladuras flexibles no metálicas, con tuercas o terminales atornillables a dedo, sin necesidad de herramientas.

Incorpora también la tecnología de intercomunicación de módulos cromatográficos **Powerline**, que desde un solo teclado controla todos los parámetros de gradiente, inyección, detección y eventos externos, ya sea con o sin la ayuda de un ordenador.

Para mayor información o una demostración sobre este sistema dirigirse a la oficina Waters más próxima.

### **DETECTOR PROGRAMABLE DE FLUORESCENCIA PARA HPLC WATERS 470**



La División de Cromatografía Waters de Millipore Ibérica ha presentado recién-

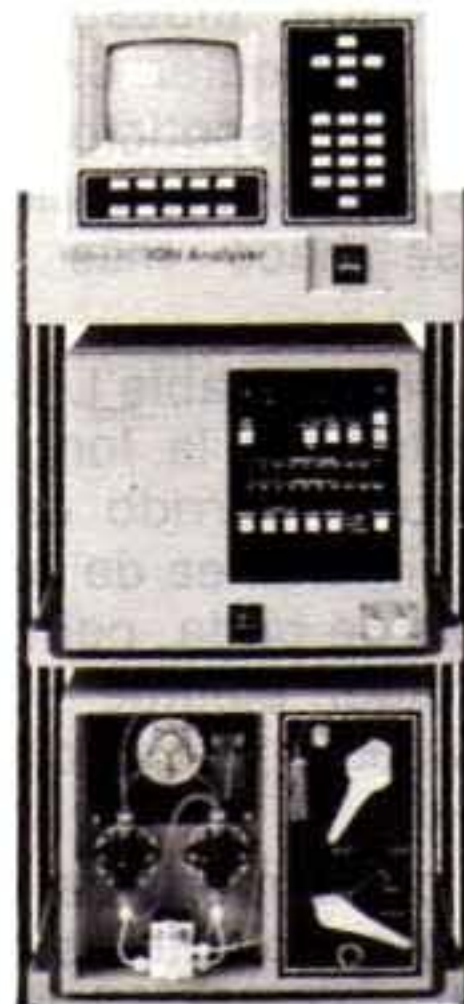
temente un nuevo detector de fluorescencia para cromatografía líquida.

El modelo Waters 470 ofrece la posibilidad de efectuar espectros o barridos, tanto de emisión como de excitación, así como programar los parámetros de detección a lo largo del cromatograma. Esto facilita la determinación a alta sensibilidad, optimizando las condiciones de detección para cada componente de interés, tales como carbamatos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, vitaminas, aminoácidos, fármacos y polímeros.

El Waters 470 puede programar automáticamente las longitudes de onda en el rango 200-700 nm., ya sean de emisión o excitación, atenuación, funciones de ganancia y autocero.

Para mayor información o una demostración sobre este detector dirigirse a la oficina Waters más próxima.

### **NUEVO CROMATOGRAFICO IONICO ANALIZADOR ACTION DE WATERS**



La División de Cromatografía Waters (Millipore) ha presentado el nuevo cromatógrafo iónico inerte de alta presión y baja dispersión.

El nuevo analizador ACTION de Waters ha sido diseñado especialmente para aquellos laboratorios que requieren de un equipo inerte dedicado exclusivamente al análisis de aniones, cationes o metales de transición.

El sistema tiene un margen de flujos de 0,01-10,0 ml/min con una precisión del 1% y una presión máxima de trabajo de 4.000 psi con lavado automático de las juntas y émbolos de la bomba.

Este equipo incorpora, como parte fundamental, el Detector Conductimétrico Waters 431, con un diseño de la célula de 5 electrodos, autocontrol de temperatura, autocero y autorango.

El analizador ACTION de Waters incluye su propia pantalla CRT y control de todos los parámetros desde un sólo teclado. Esto incluye gradientes lineales o curvos, parámetros de detección, ya sea con o sin ordenador.

Una amplia gama de detectores es compatible con este cromatógrafo, incluyendo el detector de conductividad Waters 431, y detectores UV-Vis Waters 484 ó 490.

Los materiales poliméricos de que está fabricado permiten el uso continuado de tampones ácidos o alcalinos (ph=1-14), así como la compatibilidad con la mayoría de disolventes orgánicos usuales en cromatografía iónica y cromatografía líquida.

Para mayor información o una demostración sobre este cromatógrafo iónico dirigirse a la oficina Waters más próxima.

### **PROCESADOR AUTOMÁTICO DE MUESTRAS PARA HPLC WATERS ULTRA WISP 715**

La División de Cromatografía Waters de Millipore Ibérica ha presentado recientemente el nuevo procesador/inector automático de muestras Ultra WISP 715.



El WISP 715 incluye las más altas prestaciones y el diseño más actualizado que debe reunir un procesador automático de muestras para HPLC. Como integrante de la familia WISP de Waters (conjuntamente con el inyector automático WISP 712 y el WISP 700 Satélite), el nuevo WISP 715 ofrece una completa y flexible capacidad de programación con menús y pantalla CRT.

El procesador WISP 715 incluye rutinas automatizadas para la adición de reactivos, patrones internos o derivatización. También puede utilizarse como sistema on-line para la preparación de muestras, siendo además compatible con las estaciones robotizadas para la preparación de muestras Waters Millilab IA.

El WISP 715 incluye un nuevo diseño fluídico que asegura gran precisión (0,5% D.S.) y exactitud en cualquier volumen de inyección.

Minimiza la contaminación entre las distintas muestras consecutivas. Proporciona una amplia gama de volúmenes de inyección desde 1  $\mu$ l hasta 2,0 ml. utilizando bandejas de 48 ó 96 viales de 4 ml o 1 ml respectivamente.

El nuevo WISP es compatible con el Sistema Powerline de intercomunicación de módulos cromatográficos, pudiéndose programar como módulo

independiente, o controlado a través de un programador Waters.

Para mayor información o una demostración sobre este procesador automático dirigirse a la oficina Waters más próxima.

Millipore Ibérica, S.A.  
Avda. Llano Castellano, 13, 3<sup>º</sup>  
28034 Madrid  
Tel. (91) 729 03 00  
Entenza, 28, entlo.  
08015 Barcelona  
Tel. (93) 325 96 16.

## CHROMPACK



Avda. de América, 58  
28028 Madrid  
Tel. (91) 256 57 34

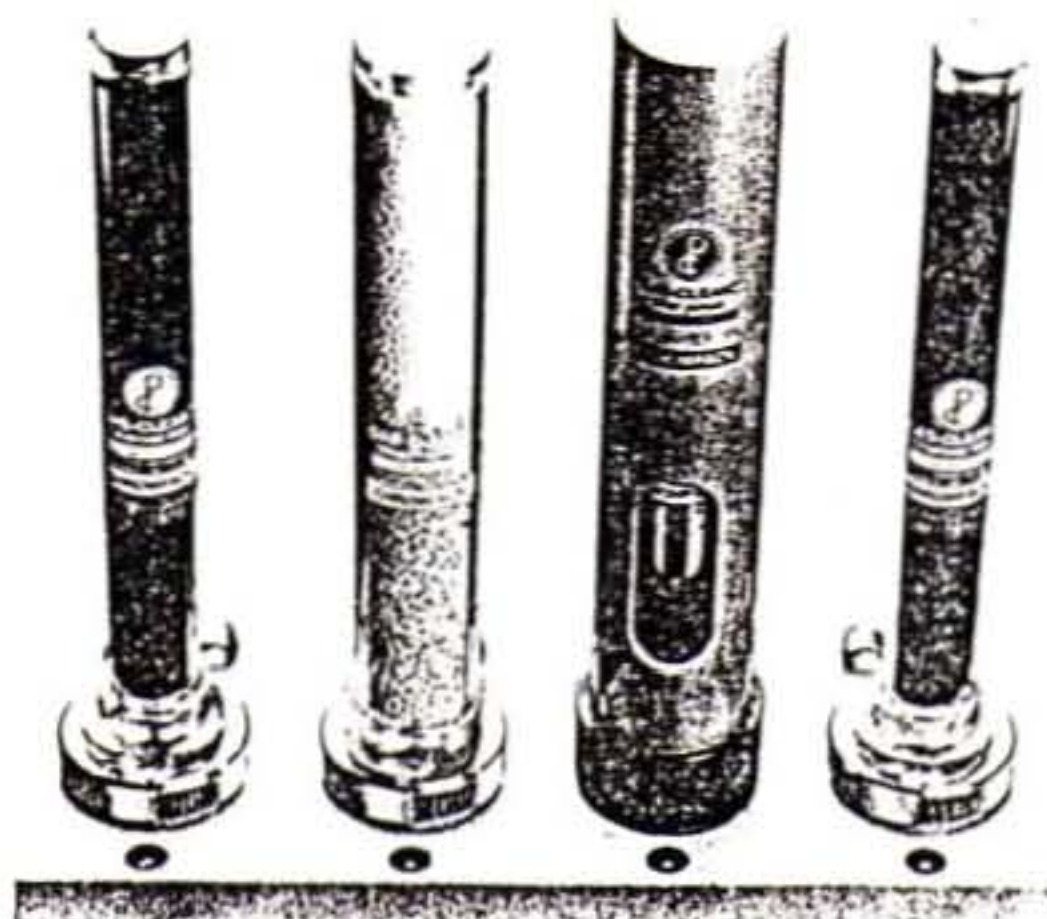
### DETECTOR DE UV/VIS

Chrompack saca al mercado su nuevo detector de onda variable uV/Vis para HPLC que se añade al que ya fabricaba, de onda fija.

Este detector puede usarse con lámpara de deuterio (190-380 nm) o con lámpara de tungsteno (380-800 nm) y tiene una célula de 6 mm y 9 ul, pudiendo trabajar con otros tipos de células disponibles. De bajo nivel de ruido, es un detector de alta calidad, eficiente y sensible.

### FILTROS GASCLEAN

Para mayor vida de la columna capilar y para mejor técnica cromatográfica (mejor reproducibilidad, eliminación de ruidos, etc.), es preciso eliminar las trazas de oxígeno y humedad que contienen los gases de botella (nitrógeno y helio). Para ello y desde hace diez años, los más vendidos en el mundo, son los filtros Gas-clean. Se instalan sin herramientas y se cambia el cartucho filtrante, sin necesidad de cortar la línea de gas y sin posibilidad de que entre aire en la línea. Eliminan impurezas, trazas de oxígeno, de humedad y de compuestos sulfurados y clorados, aceite, etc.



### ANALISIS AMBIENTAL

Chrompack ha editado un nuevo catálogo dedicado al análisis del medio ambiente se indican numerosas aplicaciones junto con instrumentos y columnas tanto de HPLC como de cromatografía gaseosa, para el análisis de contaminantes ambientales: hidrocarburos poliaromáticos PAH, plaguicidas clorados y fosforados, fenoles, formaldehido, policlorobifenilos PBC, dioxinas, ftalatos, gases sulfurados (emisiones de chimenea), hidrocarburos clorofluorados CFC, etcétera.

### COLUMNAS CAPILARES

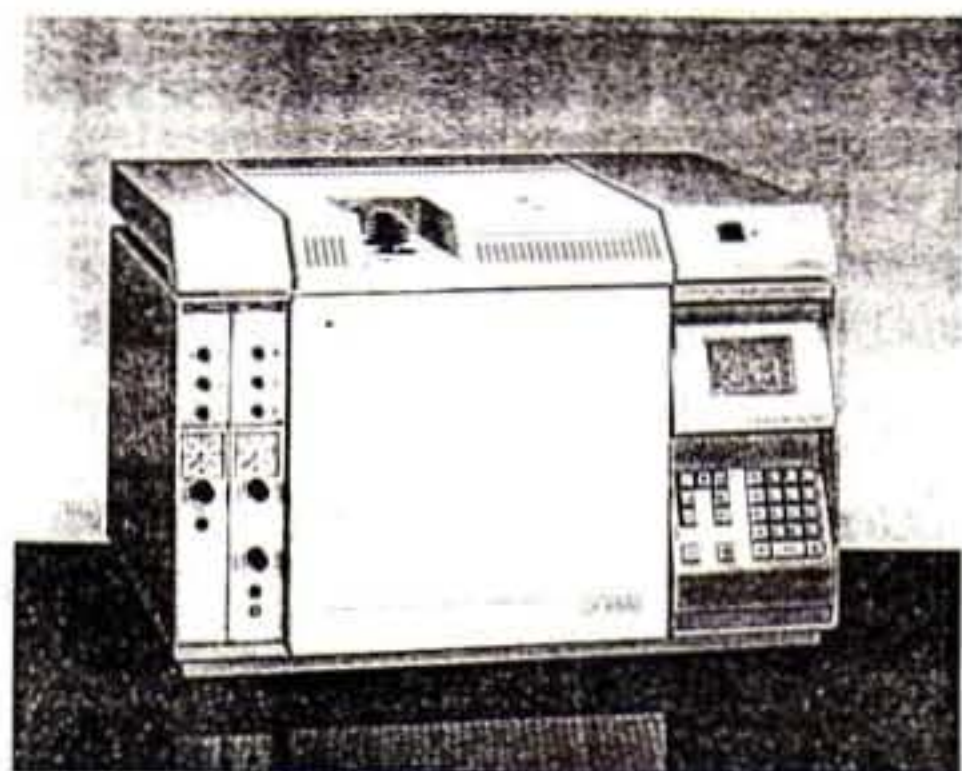
Chrompack ha editado un nuevo catálogo de columnas capilares y semicapilares de sílice fundida, al cumplir este año los 20 de experiencia de la empresa en este campo. Todas ellas fabricadas con la poliamida de mayor calidad del mercado actual, que soporta hasta los 475 °C.

En el catálogo, además de las fases convencionales, se describen las 30 columnas especiales de fases específicas para ciertas aplicaciones y que



no son fabricadas por ningún fabricante. Son estas, las PLOT de alúmina, de Molsieve, las de escualano, las TAP para triglicéridos, las de índice de polaridad 88 para FAME, las de Porapak, etc.

### CROMATOGRAFO CP 9000



El nuevo cromatógrafo de gases CP-9000 de Chrompack admite columnas capilares, semicapilares y empacadas. Con una elección de seis detectores y de cuatro sistemas de inyección, presenta programación de temperatura en 49 pasos. Puede incluir de serie, el sistema de inyección TCT-PTI (thermal desorción cold purge trap) que permite el análisis de volátiles a nivel de trazas (partes por trillón) en muestras sólidas o líquidas. Este sistema de inyección permite que los parámetros de la purga, desorción, cantidad atrapada en la purga y la secuencia de la inyección, sean fielmente programables y visibles en la pantalla de cristal líquido del cromatógrafo y almacenado en la memoria del mismo, constituyendo un sistema completamente integrado.

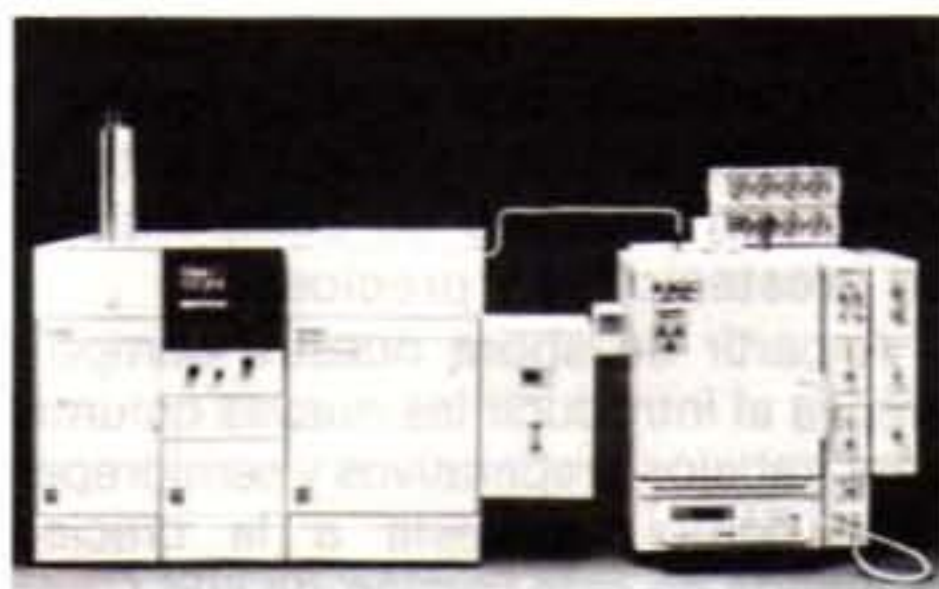
Los resultados son: mayor información por análisis; reducción de costos y de espacio de laboratorio; seguridad del método y no se pierde tiempo reprogramando, siendo siempre disponible la situación del análisis. Apli-

caciones características son: medida de la polución del aire; control de gases de chimenea; análisis de emisiones de productos químicos; análisis de aguas de ríos; análisis de alimentos sólidos y de bebidas, etc.



### IMPORTANTE REDUCCION DEL TIEMPO DE EXTRACCION MEDIANTE ACOPLAMIENTO DE LAS TECNICAS SFE-GC

La firma americana Suprex Corporation, representada en España por Izasa, S.A., ha expandido las posibilidades de su instrumento de extracción mediante fluidos supercríticos, el modelo SFE/50, para que pueda ser directamente acoplado a cromatógrafos de gases.



Este sistema de cromatografía de gases-extracción con fluidos supercríticos (SFE-GC) se puede aplicar a problemas de preparación de muestra donde las técnicas de extracción de líquidos son costosas e invierten excesivo tiempo. El sistema SFE-GC aporta una preparación de muestras completa y es una herramienta de análisis muy útil para análisis de productos farmacéuticos, alimentos, aditivos de polímeros y contaminación ambiental, como por ejemplo, pesticidas, dioxinas, hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs) y bifenilos policíclicos (PCBs).

El modelo Suprex SFE/50 se puede acoplar a muchos modelos de cromatógrafos de gases, por ejemplo, al modelo GC14 de la firma Shimadzu, utilizando un accesorio de transferencia termostatzada.

El sistema SFE-GC aporta la posibilidad de efectuar extracciones a niveles ppb utilizando recipientes de volumen de extracción grande y puede generar resultados cuantitativos debido a su control preciso de presión, densidad y temperatura.

Para mayor información, contacte con nosotros en Madrid (91-653 71 99), en Barcelona (93-425 01 00), o en cualquiera de nuestras delegaciones.

## SUGELABOR, S. A

Suministros Generales de Laboratorio

### CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS:

#### Preparativas y semipreparativas. "Made in Spain"

Hasta ahora nuestra sección de HPLC ofrecía una amplia gama de columnas analíticas que durante tres años han probado su competitividad en prestaciones y precios.

A partir de ahora nuestro campo se amplía al introducir las nuevas columnas para trabajos preparativos y semipreparativos como respuesta a la creciente demanda de esta versión de HPLC.

Sugelabor, S.A., de nuevo, es pionero en España y ofrece columnas de 0.7, 1.0 y 2.2 mm. de diámetro de las mejores marcas de silica (Spherisorb, Hypersil, Nucleosil, Lichrosorb, Kromasil, etc.).

En el otro extremo, también disponemos de una línea de columnas microbore de 1 y 2 mm. de diámetro, que permite trabajar a nivel micro, con pequeñas muestras y ahorro de fase móvil.

Las aplicaciones para HPLC se completan con las columnas de 300 Å para la separación de proteínas y péptidos en fase reversa y que están disponibles en C<sub>4</sub>, C<sub>8</sub> y C<sub>18</sub>.

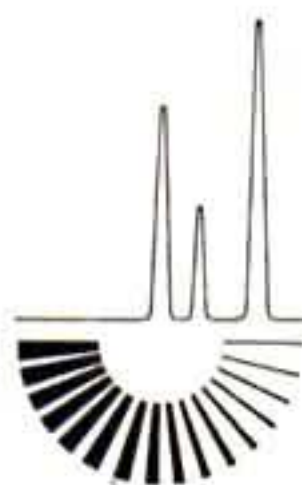
### INSTRUMENTACION:

#### Hornos para HPLC

La temperatura es un parámetro importante en HPLC a la hora de optimizar los métodos, pero su control engorroso hace que muchas veces sea desestimado. Ahora con los nuevos hornos Kariba AAO para HPLC, usted podrá cubrir fácilmente este aspecto en sus investigaciones. Con los nuevos hornos Kariba AAO podrá trabajar en el rango de 0 hasta 150 °C y podrá acomodar de 2 a 8 columnas analíticas o de 1 a 4 columnas preparativas.

Para solicitar información más detallada, diríjase a:

Sicilia, 36 - 23038 Madrid - Tel. 501 39 36 - Fax 501 39 38 - Télex 43378 SUGER-E.



**lasing, s.a.**

DIVISION ANALITICA

### NUEVO SISTEMA DE DETECCION DE TAMAÑO MOLECULAR EN LINEA PARA CROMATOGRAFIA DE PROTEINAS

Nuestra representada en exclusiva para España, la firma inglesa Oros Instruments, ha desarrollado un compacto y económico detector de tamaño molecular de proteínas en línea, compatible con cualquier sistema de cromatografía.

El detector efectúa una rápida lectura del coeficiente de difusión de la molécula en la célula de flujo y éste puede ser convertido, gracias a fórmulas matemáticas del software, en su tamaño molecular o en su peso molecular. Adicionalmente, cuando más de una proteína está presente en la célula

de medida, el detector puede hacer una lectura de la dispersión que es convertida en lectura real de pureza. Asimismo, con las medidas realizadas, se puede calcular la concentración, especialmente interesante en moléculas que no tienen absorción en la región de UV.

El equipo está dotado de un láser de 30 mW que trabaja a 780 nm cuya luz incide sobre la célula de medida de 7 ul por donde pasa la muestra y la luz dispersada por ésta es recogida a 90° por un contador de fotones que mide el coeficiente de dispersión translacional, proporcional al tamaño de la molécula y de su peso molecular.

El Detector de Tamaño Molecular, modelo 801, puede ser una útil herramienta para incorporar a sistemas ya existentes de LC para la determinación en línea de tamaño de macromoléculas en el rango de 2 a 40 nm, correspondiente a un rango de peso molecular de 12.000 a 50 millones aproximadamente.

La información proporcionada por el detector puede hacer la identificación de los picos cromatográficos rápida y simple, sin necesitar análisis posteriores.

El detector es particularmente útil en la monitorización de agregación o fragmentación de proteínas donde la posibilidad de medir simultáneamente tamaño molecular, peso molecular, pureza y concentración es importante.

Para mayor información sobre este producto, así como para solicitar una demostración, estamos a su disposición en:

Marqués de Pico Velasco, 64  
28027 Madrid

Tels. 268 08 79-268 36 43

Fax 407 36 24

Antonio Ricardos, 12-14

08027 Barcelona

Tel. 352 69 33. Fax 352 23 08

Dña. Juana de Castilla, 40

41005 Sevilla

Tel. 458 01 99

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



Como ya conocen ustedes nuestra empresa desarrolla su campo de actividad en dos frentes:

- a) La ingeniería en analítica instrumental. Un nuevo concepto.
- b) Suministro integral de productos y accesorios para cromatografía y espectroscopia.

De los muchos trabajos que estamos realizando para nuestros clientes en nuestro laboratorio de aplicaciones, entresacamos por su interés y notoriedad:

— Análisis de nitrosaminas por cromatografía de gases, en cervezas y otros productos alimenticios, utilizando el detector de conductividad electrolítica (Hall).

El detector de conductividad electrolítica (Hall) está siendo el gran olvidado de los detectores selectivos en nuestro país. No se está haciendo justicia a un detector selectivo que entre otras, ofrece las siguientes ventajas. Juzguen ustedes mismos.

1. En un solo detector se suman cuatro modos selectivos de trabajo: modo azufre, modo halógeno, modo nitrógeno y modo nitrosamina.

2. Sensibilidad: modo halógeno  $5 \times 10^{-13}$  g Cl/seg. Modo nitrógeno:  $2-4 \times 10^{-12}$  g N/seg. Modo azufre:  $1-2 \times 10^{-12}$  g S/seg. Modo nitrosamina: 20 pg NDMA.

3. Selectividad. CL:HC  $10^6$  . N:HC  $10^6$  . S:HC  $10^5$  . Nitrosamina: NO/N 500:1.

4. Linearidad. CL:  $10^6$  . N:  $10^4$  . S:  $10^4$  . Nitrosaminas:  $10^2$ .

Les ofrecemos nuestra larga y dilatada experiencia pudiendo suministrar este detector tanto en una unidad instrumental nueva como ampliando su actual cromatógrafo. Consúltenos.

Hemos sido nombrados distribuidores para España de la empresa Linear Instruments, ofreciéndoles una línea muy coherente de registradores para laboratorio y una importante selección de detectores para HPLC que cubre desde el modelo 200 UV-VIS de 190 a 800 nm y rango de absorbancia 0.0005 a 2.0 AUFS el más modesto de la línea pero de altas especificaciones, hasta el modelo 206 PHD (Programmable Hi-Speed Detector) que viene a sustituir con ventajas a los detectores de fotodiodos, por tratarse de un detector UV-VIS.

En cromatografía iónica les ofrecemos los últimos desarrollos de nuestra representada Alltech-Wescan, "Metal-Free System" con el nuevo detector modelo 315 de conductividad.

De nuestra representada Phase Sep empresa que desarrolló el Spherisorb (partícula esférica), les ofrecemos la nueva línea de cartuchos en todos sus tipos de Spherisorb para HPLC.

De nuestra representada Scientific Glass Engineering (S.G.E.) el nuevo inyector Oci-5 on-column para columnas capilares de 0.32 mm y 0.53 mm diámetro interior, compatible con cualquier modelo y marca de cromatógrafo. Las características de diseño de este inyector avalan la posibilidad de trabajar con la nueva serie de columnas tipo HT-5 (capaces de llegar hasta 450 °C).

Después de 12 meses de la introducción de las nuevas columnas capilares de sílice fundida con recubrimiento de aluminio en sustitución a la poliamida convencional, muchos de nuestros clientes nos alaban las ventajas manifiestas de esta nueva y singular especialidad.

Consúltenos, le interesa conocerlos.

Ctra. Cerdanyola, 65-67 - 08190 Sant Cugat del Vallés (Barcelona) - Tel. (93) 675 02 44 - Fax 675 05 16 - Télex 59 199 - Apdo. 130.

Rosario Pino, 18 - 28020 Madrid - Tel. (91) 279 44 88.

\* \* \*

# KONIK

**INSTRUMENTS S.A.**

E S P E C I A L I S T A S

EN CROMATOGRAFIA  
ESPECTROMETRIA  
VACIO...

**NO DUDE** !  
**CONSULTENOS** !



**BARCELONA**

Ctra. Cerdanyola, 65/67  
Tel. (93) 674 59 50

**MADRID**

Rosario Pino, 18  
Tel. (91) 471 47 84

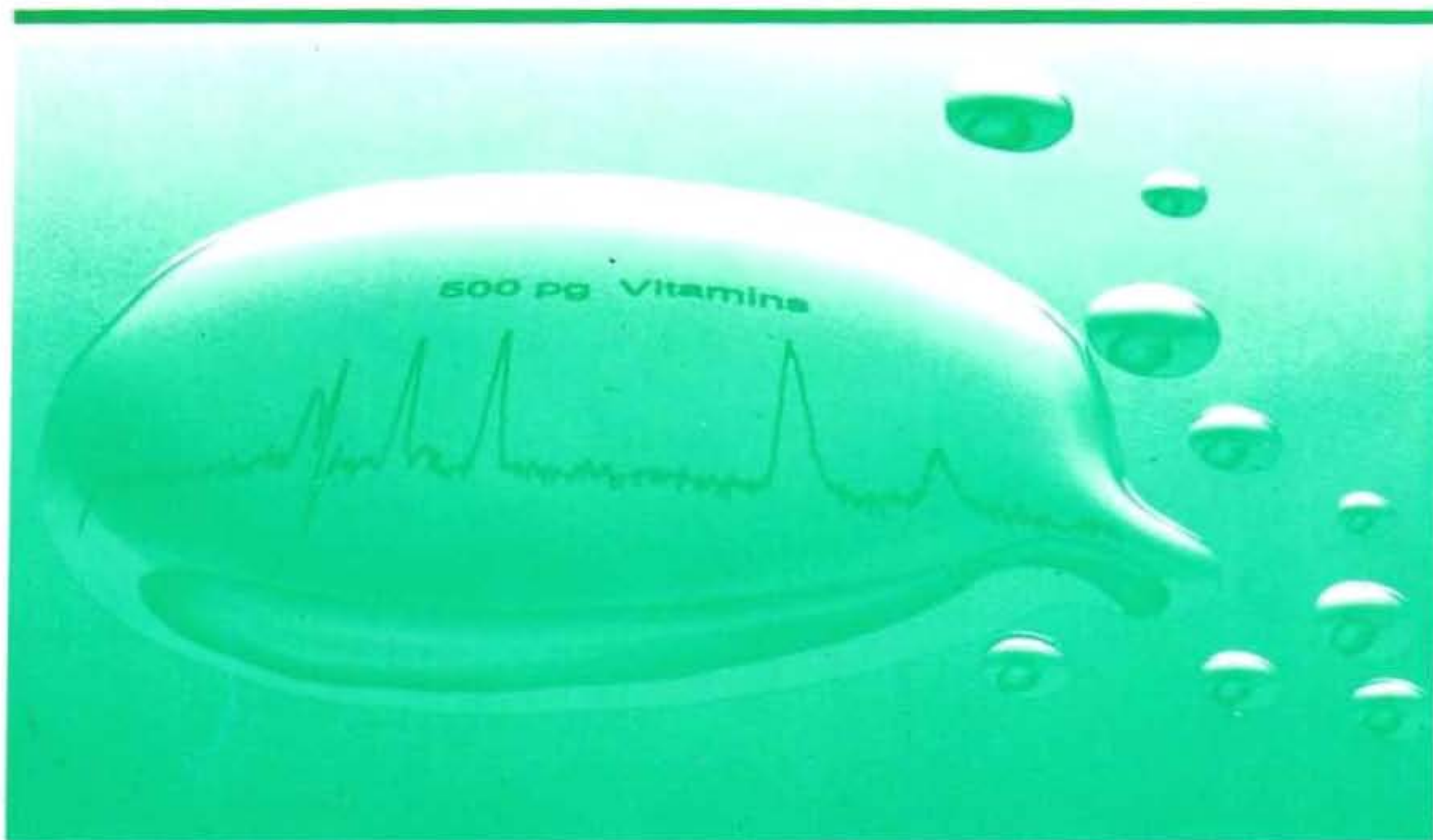
**VALENCIA**

Av. del Puerto, 79  
Tel. (96) 364 40 44

**SEVILLA**

Centro en organizaci

# Nuevo Detector de Diodos de PERKIN-ELMER Modelo LC-235



**Sensibilidad Excepcional**  
PERKIN-ELMER conjuga la sensibilidad de un ultravioleta de longitud de onda variable con las prestaciones de los de diodos. Sensibilidad cinco veces superior a la de cualquier otro detector de diodos existente.

**De fácil manejo**  
El Modelo LC-235, no requiere ordenador como los otros detectores existentes. Sin necesidad de manejar códigos complejos. Se fija la longitud de onda, sensibilidad, información espectral solicitada y formato, todo lo demás se efectúa automáticamente. Las teclas y llamadas especiales, le hacen el detector de diodos de más fácil manejo existente hoy en día.

**Prestaciones inmejorables**  
El LC-235 es el único detector que satisface todas sus necesidades y expectativas. Cromatogramas perfectamente señalizados, pureza automática para cada pico y espectros de alta calidad. Todo ello a niveles de trazas.

**Rompiendo precios**  
El arte de la detección al alcance de cualquier presupuesto. Precio impactante, ni comparación con los detectores actuales. Por el precio de un buen detector de ultravioleta, ahora tiene las prestaciones del de diodos.

Por fin su técnica de detección unificada.

Estamos a su disposición para informarles.

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

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

Sevilla, Avda. República Argentina, 39  
Tel.: (954) 45 70 22

Bilbao, Avda. del Ejército, 11  
Tel.: (94) 447 10 21

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

Zaragoza, Bolonia, 12  
COMERCIAL RAFAEL, S.L.

Oviedo, Pedro Masaveu, 1  
NEOQUIMIA

Santiago de Compostela, Fernando III el Santo, 12  
HORTAS



**PERKIN-ELMER**