

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

BOLETÍN DE LA SECYTA
VOLUMEN 45 NÚM. 1 (2024)
WWW.SECYTA.ORG

45



Triple Quad Mass Spectrometer

EVOQ[®] DART-TQ⁺



Two Workflows, One Integrated System Simple. Selective. Sound.

Screen Quickly, Validate With Confidence

Navigate vast numbers of samples, hundreds of target compounds, stringent turn-around-times, and challenging sample matrices, the dependable EVOQ[®] DART-TQ⁺ MS system provides fast, sustained sensitivity and robustness. Quickly screen your samples with a chromatography-free workflow and then simply switch to the VIP HESI source for traditional LCMS validation of the flagged subset of samples making your lab more productive and cost effective.

- Simple switch between DART and VIP HESI sources
- Fast chromatography free sample screen for increased throughput
- Validate screen hits with conventional LCMS for result assurance

For Research Use Only. Not for use in clinical diagnostic procedures.



For more information please visit www.bruker.com/evoq-dart-tq

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, 2024, Vol. 45, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

2 EDITORIAL

ARTÍCULO

- 3 Extracción y análisis de carbohidratos presentes en microalgas
Marta Díez, Ana Isabel Ruiz Matute, María Luz Sanz

NOTICIAS DE LA SECyTA

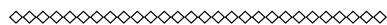
- 14 XXIII Reunión científica de la SECyTA (52.ª Reunión científica del GCTA)
16 Nuevos socios
17 3.ª edición del Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines
18 Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines

INFORMACIONES

- 20 *In memoriam* Prof. Manuel V. Dabrio
22 Congresos celebrados
29 Calendario de actividades

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

- 31 Notas técnicas



Redacción: María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)
Ana Cristina Soria Monzón (acsoria@iqog.csic.es)
Ana Isabel Ruiz Matute (ana.ruiz@csic.es)
Mario Fernández (mario@iqog.csic.es)
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91-562 29 00

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

Depósito legal: M-1902-1975

Diseño y preimpresión: Gráficas Blanco, S. L.

Impresión: Solana e hijos Artes Gráficas, S. A. U.

Diseño de la portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

Queridos socios de la SECyTA,

Es un placer para nuestra Junta de Gobierno tener la posibilidad de celebrar este año la **XXIII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA 2024)** en Pamplona, del 23 al 25 de octubre, organizada por nuestras compañeras Elena González Peñas, vocal de la Junta de Gobierno, y Elena Lizarraga Pérez, ambas pertenecientes a la Facultad de Farmacia de la Universidad de Navarra. Sin duda será un evento para recordar en una ciudad en la que, además de las famosas fiestas de San Fermín, es posible disfrutar de una rica historia y patrimonio cultural, así como de su excelente gastronomía.

En el programa científico se han invitado a destacados especialistas nacionales y extranjeros que expondrán las novedades en el desarrollo y aplicación de técnicas separativas y de tratamiento de muestra en diferentes campos. Así, contamos con la presencia de **Cecilia Gagliero** (Univerità degli Studi di Torino, Italia), especialista en metodologías sostenibles de tratamiento de muestra, **Gabriel Vivó-Truyols** (Tecnometrix), investigador destacado en el análisis de datos en técnicas cromatográficas, **Frederic Béen** (Vrije Universiteit and KWR Water Research Institute, Amsterdam), cuya investigación se centra en la aplicación de estrategias novedosas de análisis de sospechosos y no dirigido para el control de contaminantes en el medioambiente, **Jennifer Kirwan** (Charité University Hospital, Berlín), destacada especialista en metabolómica, que nos expondrá la importancia de una adecuada separación cromatográfica en el estudio del metaboloma, y **José Bernal del Nozal** (Universidad de Valladolid), experto en seguridad alimentaria y desarrollo de métodos separativos para el control de contaminantes en alimentos.

Procederemos igualmente a la concesión, ya en su 3.^a edición y en la que ha aumentado considerablemente el número de participantes, del **Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines**. Contaremos también con los **Premios José Antonio García Domínguez**, patrocinados por Bruker, y que fomentan la participación de los jóvenes investigadores en la reunión, agradeciendo sinceramente a Bruker, en la persona de Miguel Ángel Pérez, por su apoyo y compromiso con SECyTA. Igualmente quiero aprovechar para agradecer, particularmente en esta edición, el considerable apoyo de las casas comerciales, ya que sin ellas no sería posible alcanzar el nivel de calidad de estas reuniones.

También quiero hacer mención al espíritu de colaboración que reina entre las sociedades científicas con las que existe una excelente relación de complementariedad (SEEM, SEQA, SEPROT y SESMET). Iniciamos una estrategia común en el marco de **FARMAFORUM** (Madrid, septiembre de 2023) el pasado año, que se ha mantenido y que se ha fomentado con la participación invitada de los presidentes de estas sociedades en la pasada **XI Reunión de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas** (SEEM, Barcelona, junio 2024), en la que nuestra sociedad hermana conmemoraba el 25 aniversario de su creación. Desde aquí quiero felicitar a SEEM por este aniversario y, además, agradecer a su Presidente, nuestro compañero y socio, el Dr. Esteban Abad, así como a su Junta de Gobierno, por esta consideración a nuestra sociedad. Además, le agradezco que generase el marco para discutir la conveniencia de establecer alguna acción conjunta en los próximos años que contribuya a fomentar el vínculo científico y de colaboración entre estas sociedades que, sin duda, nos enriquecerá. Esperamos que sea pronto una realidad.

Espero encontraros en Pamplona donde, además, celebraremos elecciones a Junta de Gobierno.

Un abrazo,

ANA M. GARCÍA CAMPAÑA
Presidenta de SECyTA

ARTÍCULO

Extracción y análisis de carbohidratos presentes en microalgas

Marta Díez^{1,2}, Ana Isabel Ruiz Matute¹, María Luz Sanz¹

¹ Instituto de Química Orgánica General (CSIC), Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid, España

² Microalgae Solutions, S.L., Dehesa Vieja 8, 28052 Vicálvaro, Madrid, España

RESUMEN

Las microalgas son organismos fotosintéticos unicelulares de gran diversidad y adaptabilidad. Son consideradas una fuente inagotable de compuestos bioactivos, tales como polisacáridos, que pueden ser empleados como nutraceúticos o ingredientes alimentarios. A pesar de que la extracción sólido líquido convencional (SLE) es la técnica más empleada para la obtención de estos compuestos, el uso de otras técnicas asistidas por ultrasonidos (UAE), microondas (MAE), enzimas (EAE) o con líquidos presurizados (PLE) ha cobrado gran interés. Estas técnicas favorecen la ruptura de la pared celular de las microalgas, mejorando el rendimiento de extracción. Además, la combinación de dichas técnicas entre sí o el empleo de disolventes medioambientalmente seguros suponen un gran avance en este campo.

Los polisacáridos de las microalgas presentan estructuras muy complejas que influyen en sus propiedades bioactivas, y cuya caracterización es requerida tanto para su uso por parte de la industria alimentaria como para poder establecer relaciones estructura/funcionalidad. Sin embargo, el análisis de estos compuestos de alto peso molecular no es trivial y requiere del uso de la información obtenida por diferentes técnicas analíticas complementarias. La cromatografía de gases (GC) y la cromatografía de líquidos (LC) acopladas a espectrometría de masas (MS), previa hidrólisis (y derivatización en el caso de GC) de los carbohidratos de interés, son unas herramientas muy útiles para conocer su composición monomérica, mientras que los enlaces glicosídicos presentes se pueden determinar por GC-MS previa "metilación". La cromatografía de exclusión por tamaño de alta resolución (HPSEC) o la espectrometría de masas de tiempo de vuelo con desorción/ionización láser asistida por matriz (MALDI-ToF MS) se emplean para la determinación del peso molecular de los polisacáridos. A pesar de la valiosa información proporcionada por estas técnicas, también es necesario recurrir al empleo de otras como la espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) o la resonancia magnética nuclear (RMN)

para poder lograr una caracterización estructural más completa de estas moléculas.

1. INTRODUCCIÓN

Las microalgas son organismos eucariotas unicelulares fotosintéticos de pequeño tamaño, entre 2 y 200 μm , que pertenecen a un grupo muy diverso, pudiendo presentar diferentes formas, tamaños y composición [1]. En la bibliografía se han descrito más de 20.000 especies, incluyendo algunos géneros como Chlorophyta, Rhodophyta, Cryptophyta, Ochrophyta, Myzozoa, Haptophyta y Euglenozoa. Algunas de ellas son extremófilas, por lo que son capaces de sobrevivir en diferentes entornos adaptándose a cambios de temperatura, presión, salinidad o pH [2]. En la actualidad, un número reducido de microalgas se incluyen en la lista de la Food and Drug Administration (FDA) de productos generalmente reconocidos como seguros (GRAS) para alimentación humana, siendo algunos ejemplos *Spirulina platensis*, *Chlorella vulgaris*, *Tetraselmis chuii* y *Chlamydomonas reinhardtii* [3]. Estos microorganismos son una opción novedosa para la producción de compuestos bioactivos debido a su rápido crecimiento y escaso uso de recursos, con un bajo impacto ambiental, captando así el interés de diversas industrias, tales como la cosmética, alimentaria, farmacéutica, etc. [4].

Entre los principales compuestos bioactivos de las microalgas se incluyen proteínas, carbohidratos, lípidos y pigmentos [5, 6]. En el caso de los carbohidratos, como se puede observar en la **Tabla 1**, su contenido varía entre las diferentes especies de microalgas (e.g. desde un 8 % en *Nannochloropsis oculata* hasta un 65-67 % en *Chlamydomonas sp.*), pero también dentro de una misma especie según las condiciones de cultivo. Aunque se pueden encontrar monosacáridos libres como glucosa (Glc), fucosa (Fuc), ramosa (Rha), galactosa (Gal), xilosa (Xil), manosa (Man), ribosa (Rib) y arabinosa (Ara), son realmente los polisacáridos, formados por la unión glicosídica de más de diez unidades de monosacáridos, los carbohidratos más abundantes [7].

Tabla 1. Contenido en carbohidratos de algunas microalgas.

Microalga	Contenido en carbohidratos (%)	Referencia
<i>Chlorella vulgaris</i>	12-28	[8-10]
<i>Nannochloropsis oculata</i>	8	[8]
<i>Tetraselmis suecica</i>	26	[6]
<i>Phaeodactylum tricornutum</i>	8	[8]
<i>Spirulina platensis</i>	8-16	[8,10]
<i>Haematococcus pluvialis</i>	49	[11]
<i>Chlamydomonas sp.</i>	65-67	[11]

Los polisacáridos de las microalgas pueden ser estructurales (encargados de constituir la pared celular, generalmente de celulosa), de almacenamiento (intracelulares) y extracelulares [liberados al medio ambiente, exopolisacáridos (EPS)] [2, 7, 12]. Su tamaño puede variar entre 10 y 1000 kDa y su composición, distribución y enlaces glicosídicos son muy heterogéneos. En general, están constituidos por distintas unidades monoméricas de azúcares, predominando la

glucosa y la manosa, pero incluyen también otros componentes tales como ácidos urónicos (UA) [ácido glucurónico (GlcA) y galacturónico (GalA)], aminas [glucosamina (GlcN)], grupos sulfato, etc.

Son muchas las bioactividades atribuidas a los polisacáridos de las microalgas, como antioxidante, antiinflamatoria, anticoagulante, antitumoral y antiviral, entre otras. A modo de ejemplo, la **Tabla 2** muestra la composición de polisacáridos de algunas especies de microalgas, así como las bioactividades que presentan [2, 13, 14]. En un estudio realizado por Tannin-Spitz [15] se vio que los polisacáridos sulfatados reducían el daño oxidativo mediante la eliminación de radicales libres. Otro grupo de polisacáridos destacados en las microalgas son los β -1,3-glucanos, también denominados crisolaminarina o laminarina, en su mayoría compuestos por unidades de glucosa [16]. Se ha observado que los β -glucanos actúan como fibra soluble, reduciendo los niveles de colesterol LDL y minimizando el riesgo de enfermedades cardiovasculares [3]. Además, en el campo de la medicina, se están empezando a sintetizar materiales a base de carbohidratos procedentes de microalgas como anticoagulantes, heparinas o antitrombótico [17].

Tabla 2. Composición y bioactividad de los polisacáridos presentes en algunas microalgas. Abreviaturas de los monosacáridos indicadas en el texto.

Microalga	Monosacáridos	Bioactividad	Referencia
<i>Chlorella vulgaris</i>	Rha, Man, Glc, Gal, Xil, Ara, Fuc, GlcA, Rib, GlcN, GalA, Fru	Antioxidante, mantenimiento de la piel	[18-20]
<i>Chlorella ellipsoidea</i>	Glc, Rha, Man, Gal	Inmunomoduladora	[21]
<i>Chlorella pyrenoidosa</i>	Glc, Rha, Man, Gal	Antitumoral	[22]
<i>Spirulina platensis</i>	Rha, Man, Glc, Gal, Xil, Fuc, Rib, GlcA	Anticancerígena, antioxidante, hipoglucemia	[14, 23]
<i>Phaeodactylum tricornutum</i>	Glc, Man, UA	Antiinflamatoria, inmunomoduladora	[24]
<i>Nannochloropsis oculata</i>	Glc, Rha, Man, Gal, Rib, Fuc, Xil, Ara, UA	Prebiótica, inmunomoduladora	[25, 26]
<i>Tetraselmis suecica</i>	Gluc, Gal, GalA		[27]
<i>Isochrysis galbana</i>	Glc, Gal, Rha, Man, Ara, Xil, Rib	Antioxidante, antibacteriana, inmunomoduladora	[28, 29]
<i>Haematococcus pluvialis</i>	Rib, Ara, Man, Glc	Antiedad, inmunomoduladora	[30]

2. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE POLISACÁRIDOS

Para la obtención de polisacáridos a partir de microalgas la técnica más empleada es la extracción sólido-lí-

quido (SLE) utilizando disolventes polares o mediante un pretratamiento ácido de la biomasa seguido de una extracción alcalina [6]. Se emplean también tratamientos para favorecer la ruptura de las paredes celulares de las microalgas y favorecer la liberación de los

carbohidratos de interés, tales como homogeneizadores de bolas, prensas (prensa de French), etc. En las últimas décadas para este propósito se está investigando el empleo de técnicas avanzadas de extracción, tales como la extracción asistida por microondas (MAE), por ultrasonidos (UAE), por enzimas (EAE) y con líquidos presurizados (PLE) [5]. Un aspecto a tener en cuenta es que, en general, estas técnicas consumen menos volúmenes de disolvente y permiten obtener rendimientos similares o mejores que con SLE. Como ejemplo, Zhao y col. [31] obtuvieron un mayor rendimiento de extracción de carbohidratos (36,94 ± 2,46 g/100 g biomasa en peso seco) de *Chlorella* sp. mediante UAE en comparación con SLE (6,5-9,0 g/100 g biomasa en peso seco) y observaron además que el tiempo de extracción en UAE era un parámetro muy determinante para la mejora del rendimiento de extracción, siendo 80 minutos el óptimo). Por otro lado, Silva y col. [32] evaluaron la eficacia de la extracción mediante MAE para obtener polisacáridos de *S. platensis*, obteniéndose los mayores rendimientos con una relación 1:25 (p:v) entre biomasa y disolvente a una potencia de 434 W. A potencias superiores (620 W), el rendimiento de extracción no mostró diferencias significativas y tampoco se observaron ventajas al mantener la muestra en contacto con el disolvente tras la extracción.

En el caso de la EAE, generalmente, se emplean enzimas como celulasas, amilasas, pectinasas y hemicelulasas [33,34], que permiten la ruptura de las paredes celulares y la recuperación de los carbohidratos de interés. Por ejemplo, para la extracción de polisacáridos de *C. vulgaris* se evaluó el efecto de distintas enzimas (celulasa, pectinasa, xilanasa, b-glucosidasa, amilasa, lisozyme y sulfatasa), obteniéndose los mejores resultados empleando pectinasa proveniente de *Aspergillus*, con un rendimiento del 79%. En el caso de la especie *C. reinhardtii* se emplearon α -amilasa y amiloglucosidasa, obteniendo un rendimiento del 56% en los polisacáridos de interés [36, 37].

En estas técnicas se contempla cada vez más el empleo de disolventes verdes, más respetuosos con el medioambiente que los disolventes orgánicos convencionales [6]. Además, en algunos casos, estas técnicas se aplican combinadas entre sí favoreciendo la extracción selectiva de los carbohidratos de interés. Martins y col. [37] obtuvieron mayores rendimientos de carbohidratos a partir de *C. vulgaris* y *Scenedesmus obliquus* empleando UAE, EAE con alcalasas y la combinación de ambas técnicas (>80%) con un pretratamiento con soluciones alcalinas que con la extrac-

ción acuosa convencional por SLE (45% y 56,6%, respectivamente).

En ocasiones, es necesario realizar un tratamiento de concentración, precipitación o fraccionamiento de la muestra antes de proceder con su análisis, ya que, pueden coextraerse otras moléculas presentes en la matriz de la biomasa inicial que interfieran en el análisis, como, por ejemplo, lípidos, proteínas o ácidos carboxílicos [5]. En otros casos, los carbohidratos pueden estar unidos a proteínas o a ácidos grasos, por lo que se pueden emplear tratamientos que permitan su aislamiento (e.g. uso de resinas de intercambio iónico), y su posterior liberación (e.g. hidrólisis química o enzimática) [38, 39].

3. ANÁLISIS DE POLISACÁRIDOS

El análisis de la composición de los carbohidratos presentes en las microalgas es complejo debido a la diversidad de estructuras existentes, al gran número de isómeros estructurales, a su falta de volatilidad y ausencia de grupos cromóforos y fluorescentes y a las limitaciones de las técnicas analíticas para la caracterización de compuestos de alto peso molecular, entre otros.

Son muchas las técnicas analíticas que se emplean para la caracterización de estos compuestos, desde espectroscópicas [ultravioleta/visible (UV/Vis), infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)] y de resonancia magnética nuclear (RMN) hasta técnicas de separación acopladas a espectrometría de masas (MS) [40]. En la **Figura 1** se muestra un resumen de las técnicas más destacadas en el análisis de polisacáridos. Aunque en general es necesario recurrir a la combinación de varias de estas técnicas analíticas para poder obtener información tanto cualitativa como cuantitativa sobre los polisacáridos de interés, son la cromatografía de gases (GC) y de líquidos (LC) acopladas a espectrometría de masas (MS) las más empleadas, ya que proporcionan mayor información. En esta revisión, se mostrarán a continuación algunos ejemplos del empleo de estas técnicas para la determinación de la composición monomérica, enlaces glicosídicos y grado de polimerización de los polisacáridos de las microalgas, comentando finalmente las ventajas de combinar la información obtenida mediante dichas técnicas con la proporcionada por otras complementarias para obtener un mayor conocimiento de sus estructuras químicas y de su contenido.

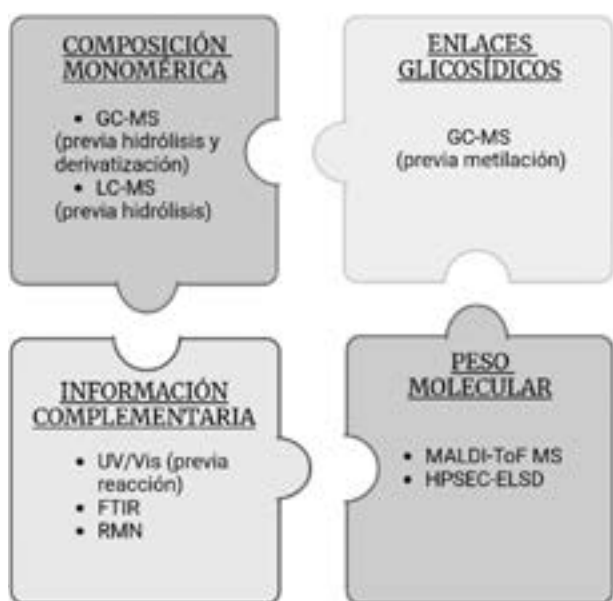


Figura 1. Esquema de técnicas empleadas para el análisis estructural de polisacáridos.

3.1. Determinación de la composición monomérica

Es sabido que algunas microalgas están compuestas por homopolímeros constituidos por monosacáridos del mismo tipo. Así, por ejemplo, la Rhodophyta *Gyrodinium impudicum* contiene homopolímeros de galactosa [41], *Porphyridium sp.* homopolímeros de xilosa [42] y microalgas de la clase de las Chlorophyta como *Dunaliella tertiolecta* y *C. vulgaris* homopolímeros de glucosa [18,43]. Sin embargo, la mayoría de las microalgas están compuestas por heteropolímeros con diferentes estructuras de monosacáridos [14].

Para poder determinar la composición monomérica de los polisacáridos, en primer lugar es necesario recurrir a un proceso de hidrólisis química o enzimática para romper los enlaces glicosídicos, liberándose así las unidades monoméricas [44]. La hidrólisis química se suele realizar con ácidos como el sulfúrico, clorhídrico o trifluoroacético a temperaturas generalmente elevadas (100-200 °C) [45]. Así mismo, también se pueden emplear agentes alcalinos fuertes, como el hidróxido de sodio o de calcio, aunque esta hidrólisis básica es menos común, ya que puede favorecer la degradación de algunos grupos funcionales [46]. En cuanto a los métodos enzimáticos, se llevan a cabo empleando enzimas hidrolasas (glucosidasas, invertasas...), específicas para cada sustrato. Son métodos

muy eficaces, que generan menos subproductos de la reacción, pero es necesario conocer la composición del sustrato para seleccionar la enzima o conjunto de enzimas más adecuado. Actualmente las glucosidasas, principalmente α -amilasa y glucoamilasa, y las pectinasas son las enzimas más empleadas en la hidrólisis de polisacáridos microalgales [47-49] principalmente como fuente para la obtención de biocombustibles, como alternativa a los productos fósiles empleados hoy en día. Actualmente, se ha visto que a partir de biomasa microalgal no solo se pueden obtener materias primas para obtener biocombustibles, sino que también, esta biomasa es de utilidad para obtener bioproductos de interés en los sectores farmacéutico, alimentario, cosmético y de química fina, entre otros. Por lo tanto, la biomasa microalgal sería de utilidad para proporcionar de forma sostenible y renovable muchos bioproductos de interés, permitiendo conseguir energías limpias, sostenibles y renovables, además, de otros bioproductos de valor añadido limpios y biodegradables. Esto sería la base, de lo que denominamos, biorrefinería a partir de microalgas. La mayoría de los estudios realizados proponen la utilización de microalgas para la obtención de biodiesel a partir de sus triglicéridos esterificables con alcoholes (metanol o etanol. Kermanshahi-pour y col. [27] comprobaron que, tras realizar la hidrólisis con pectinasas, los polisacáridos de *T. suecica* estaban constituidos por glucosa, galactosa y ácido galacturónico. De forma similar, se comprobó que los polisacáridos presentes en *Chlorella* podían ser también degradados por pectinasas, siendo, por tanto, la pectina su constituyente principal [50], y no estaban compuestos por celulosa o almidón, ya que celulasas y amilasas no mostraron actividad [35].

Una vez liberadas las unidades monoméricas resultantes, su análisis se lleva a cabo mediante GC y LC con distintos detectores, aunque los más empleados son los de MS.

La LC es considerada como una de las técnicas más eficaces para el análisis de carbohidratos y ha sido reconocida por la AOAC como la técnica de referencia para la determinación de mono- y oligosacáridos [51, 52]. Aunque en algunos estudios se ha empleado la cromatografía de líquidos en fase inversa (RPLC), teniendo en cuenta la alta polaridad de los carbohidratos, los tiempos de retención suelen ser muy cortos, alcanzándose una baja resolución. En ocasiones, un paso previo de derivatización para aumentar la interacción con la fase estacionaria de la columna permite el empleo de este modo de opera-

ción [38, 51, 53]. Sin embargo, los modos más empleados para el análisis de monosacáridos son la cromatografía de interacción hidrofílica (HILIC) y la cromatografía de intercambio aniónico (HPAEC). Mientras que la HPAEC generalmente se acopla a detectores amperométricos de pulsos (PAD), la HILIC normalmente se acopla a detectores evaporativos de dispersión de luz (ELSD) y, principalmente, de espectrometría de masas (MS).

Las fases estacionarias más usadas en HILIC para el análisis de monosacáridos son aquellas en base amina o amida, no siendo necesaria su derivatización previa para favorecer su retención [19]. Schulze y col. [54] desarrollaron un método mediante HILIC-MS para el análisis de la composición monomérica obtenida tras la hidrólisis ácida de los polisacáridos presentes en 46 especies de microalgas. Este método permitió determinar que la glucosa era el carbohidrato principal y estaba presente en todas las microalgas (5,6-66,8%), mientras que la manosa, la galactosa, la ramnosa y la xilosa se detectaron en varias de las especies en concentraciones relativamente elevadas (hasta el 17%). Por el contrario, la arabinosa, la ribosa y la fucosa sólo estaban presentes en concentraciones bajas en algunas especies (< 5%).

En cuanto a la HPAEC, la separación de los carbohidratos se basa en los valores de su pKa y, por tanto, el orden de elución y el tiempo de retención se correlacionan con los cambios de temperatura y alcalinidad [55]. Esta técnica proporciona una alta resolución para la separación de monosacáridos. Templeton y col. [55]c desarrollaron un método por HPAEC que permitió la separación de 12 monosacáridos comúnmente presentes en los polisacáridos de microalgas (8 neutros, 2 aminoazúcares y 2 ácidos urónicos) y se aplicó al análisis de estos compuestos en *Phaeodactylum tricornutum*, *Nannochloropsis sp.* y *C. vulgaris*. Asimismo, la composición en carbohidratos de *N. gaditana* se analizó mediante HPAEC-PAD previa digestión enzimática, cuantificando entre un 73 y un 83% de carbohidratos procedentes de la pared de la microalga, de los cuales el 98% fue identificado como glucosa [56].

En cuanto al empleo de la GC, dado que los carbohidratos no presentan volatilidad ni estabilidad térmica, requisitos imprescindibles para su uso, estos han de ser sometidos a reacciones de derivatización previo a su análisis, en las que los átomos de hidrógeno activos (de los grupos -OH, -NH o -SH) son sustituidos por grupos no polares [57]. Los éteres de metilo, tri-

fluoroacetilo, aldononitrilo y terc-butildimetilsililo han sido ampliamente utilizados, aunque los derivados de trimetilsililo (TMS) [45, 58], en ocasiones con una etapa previa de oximación para reducir el número de isómeros para cada carbohidrato reductor, son los más comunes [59]. A pesar de que el proceso de derivatización puede ser tedioso, la separación de los carbohidratos que proporciona esta técnica es mejor que en LC [45]. Aunque se pueden emplear detectores universales como los de ionización de llama (FID), la MS también es la técnica más empleada [59]. Recientemente, Rivas y col. [60] determinaron mediante GC-MS, previa formación de TMS oximas, la presencia de arabinosa, fructosa, fucosa, galactosa, glucosa, manitol, *myo*-inositol, ramnosa y xilosa en holobiontes de microalgas constituidos por *Chlorella sp.*, *Tetraselmis sp.* y *Dunaliella sp.*, entre otras. De la misma manera, Santoyo y col. [61] determinaron que la microalga *Haematococcus pluvialis* estaba constituida principalmente por manosa, glucosa y galactosa, mientras que el 94% de los carbohidratos presentes en *D. salina* eran unidades de glucosa.

3.2. Determinación de los enlaces glicosídicos

La determinación de los enlaces glicosídicos de los polisacáridos se suele llevar a cabo mediante GC-MS, empleando el conocido proceso de "metilación" [62, 63]. Este método analítico presenta distintas etapas (**Figura 2**): (i) metilación de los grupos hidroxilo libres del polisacárido intacto, (ii) hidrólisis de los enlaces glicosídicos, (iii) reducción de las aldosas o cetosas parcialmente metiladas resultantes y (iv) acetilación de los nuevos grupos hidroxilo formados. La identificación de los correspondientes acetatos de alditol parcialmente metilados se lleva a cabo por comparación de los índices de retención y espectros de masas con datos bibliográficos. El método más conocido es la metilación de Hakomori [64], aunque se han llevado a cabo diferentes modificaciones para reducir los tiempos de reacción y mejorar la eficacia del proceso [e.g. empleo de microondas, uso de glicerol como disolvente, etc. [65]]. Aunque los métodos están bien establecidos, hay muchos aspectos técnicos que requieren de una cuidadosa manipulación de la muestra y aplicación de las condiciones de reacción, precisando de la experiencia previa del analista para lograr unos resultados satisfactorios [66]. Además, las condiciones básicas empleadas en el proceso pueden también provocar la degradación de algunos residuos lábiles (e.g. residuos ribofuranosilo [67]). A modo de ejemplo, Pandeirada y col. [25], mediante el empleo

de esta metodología, encontraron que la microalga *N. oculata* estaba constituida por polisacáridos con enla-

ces mixtos ($\beta 1 \rightarrow 3$, $\beta 1 \rightarrow 4$)-glucanos y ($\alpha 1 \rightarrow 3$)-, ($\alpha 1 \rightarrow 4$)-mananos, con descrita actividad prebiótica.

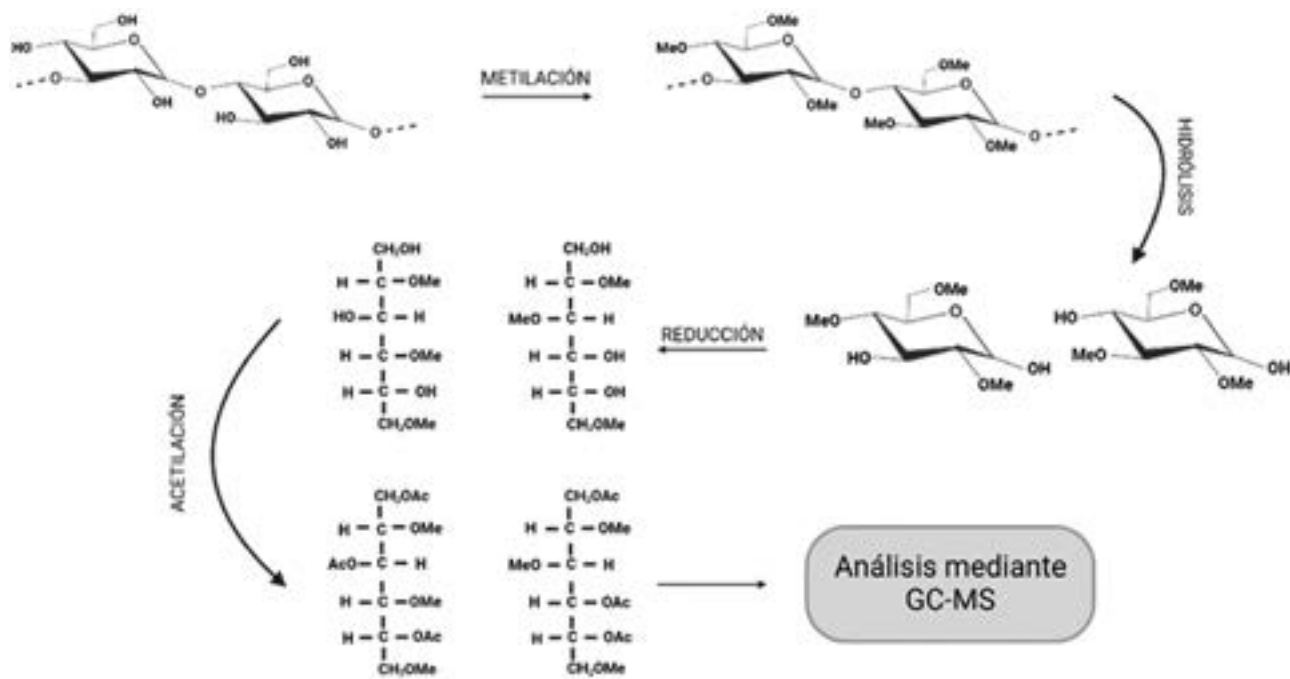


Figura 2. Esquema del proceso de obtención de acetatos de alditol parcialmente metilados.

3.3. Determinación del peso molecular

La determinación del peso molecular de polisacáridos de las microalgas se suele llevar a cabo principalmente por cromatografía de exclusión por tamaño de alta resolución (HPSEC) acoplada a detectores de índice de refracción (RID), ELSD o detectores de dispersión de luz de ángulo múltiple (MALS) [51]. Esta técnica permite evaluar la distribución molecular de los polisacáridos y se basa en la separación de las moléculas en función de su tamaño por el mayor o menor grado de penetración en el poro de la fase estacionaria, no existiendo interacción con ella. Así, los carbohidratos de mayor tamaño no pueden penetrar en los poros, por lo que eluyen rápidamente. En cambio los de menor tamaño se introducen en los poros en diverso grado, siendo los más pequeños los que más se difunden en el interior del poro, y por tanto, presentan mayores tiempos de retención [53].

Muñoz-Almagro y col. [68] emplearon HPSEC-ELSD con el fin de estimar el peso molecular de los polisacáridos presentes en *Euglena cantabrica*, donde observaron que el carbohidrato más abundante co-

respondía al paramilo, un β -glucano con peso medio de 506 kDa (**Figura 3**). En otro estudio, de Jesús y col. [69] estudiaron la composición de sustancias poliméricas extracelulares de *Spirulina* sp., pudiendo separar mediante HPSEC-RID una fracción de alto peso molecular formada por polisacáridos, con potencial para ser utilizado como biofloculante, de otra de menor peso molecular compuesta principalmente por proteínas.

La espectrometría de masas de tiempo de vuelo con desorción/ionización láser asistida por matriz (MALDI-ToF MS) es otra técnica adecuada para determinar el grado de polimerización de biomoléculas. Sin embargo, el límite de pesos moleculares que detecta esta técnica está entre 20 y 500 kDa, lo que complica el análisis de polisacáridos de gran tamaño. Además, su uso está limitado por su escasa eficacia de ionización, en comparación con otros compuestos como proteínas y péptidos. Con el objetivo de mejorar dicha eficacia de ionización se han empleado distintos métodos de derivatización [70], incluso con la propia matriz requerida para el análisis, lo que permite además simplificar el procedimiento de preparación de muestra (e.g. uso de 3-aminoquinolina/ α -ciano-4-ácido hi-

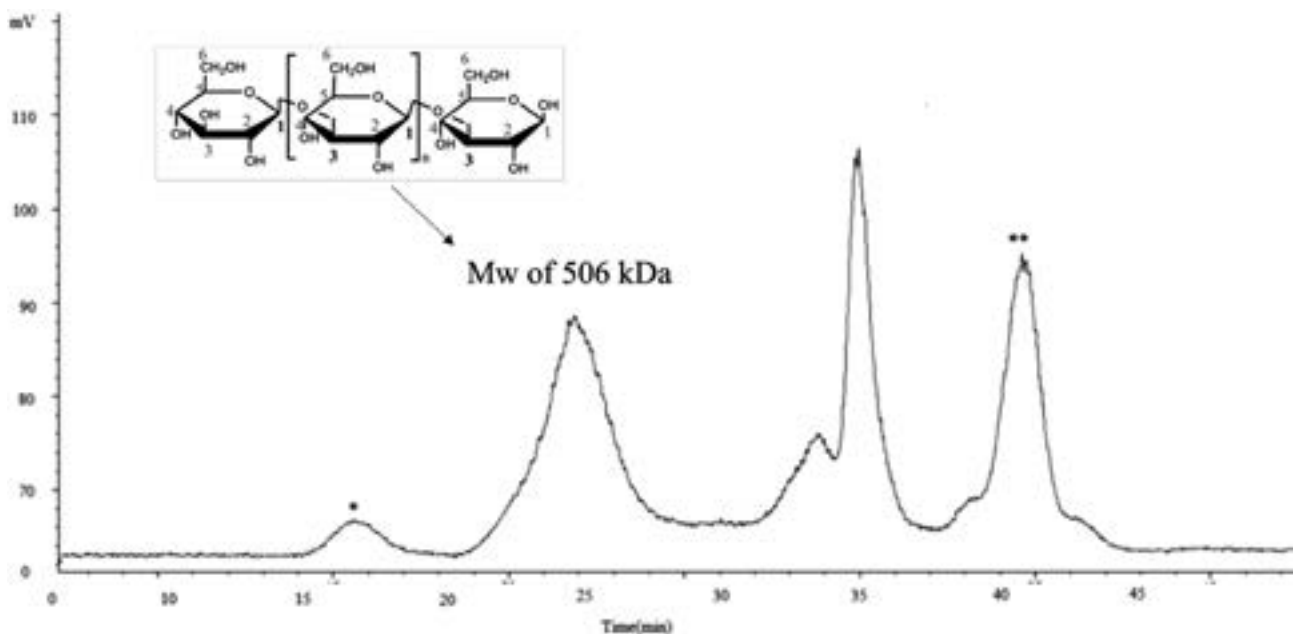


Figura 3. Perfil de HPSEC-ELSD de la fracción de carbohidratos presente en un extracto etanólico de *Euglena cantabrica*. Figura modificada de Muñoz-Almagro y col. [68].

droxicinámico) [71]. En general, esta técnica no se emplea para el análisis de polisacáridos intactos de microalgas, si no como apoyo a la caracterización de estos compuestos tras haber sido sometidos a un proceso de hidrólisis parcial y ser convertidos en oligosacáridos.

3.4. Información estructural complementaria

Un ensayo habitual complementario a los análisis cromatográficos es la determinación del contenido total de carbohidratos presentes en microalgas. Para ello, se emplean procesos químicos que se basan en la ruptura de los enlaces glicosídicos del polisacárido y en la reacción de los monosacáridos resultantes con ciertos compuestos que generan complejos coloreados que pueden ser cuantificados mediante espectrofotometría [38]. Los métodos colorimétricos más empleados son el del ácido fenol-sulfúrico y el método de la antrona [38, 51]. Son métodos rápidos, sencillos y requieren de poco equipamiento, sin embargo, posibles interferencias con proteínas o compuestos fenólicos afectan a la exactitud y precisión de los análisis. Además, presentan algunos problemas como la dependencia entre la coloración producida y la composición de la muestra [e.g. en el método de la antrona, en el caso de contener

ácidos urónicos y hexosaminas, la coloración final es menor [38, 51].

Otras determinaciones necesarias a la hora de caracterizar un polisacárido son la determinación del grado de sulfatación, del contenido en ácidos urónicos y de carbohidratos reductores, entre otros. Todos estos procesos se llevan a cabo mediante métodos turbidimétricos y espectrofotométricos con distintos reactivos. Aunque no son métodos muy robustos, permiten obtener una información complementaria para la caracterización de los polisacáridos de las microalgas.

Además de la información obtenida mediante las técnicas previamente mencionadas, el uso de otras herramientas como la FTIR o RMN proporcionan la información necesaria para poder realizar una caracterización estructural más exhaustiva de los polisacáridos [13, 52]. Estas técnicas no invasivas son unas herramientas potentes y versátiles para la determinación estructural de polisacáridos de microalgas. El requisito más importante para poder utilizar de forma eficaz estas técnicas es que el polisacárido a caracterizar se encuentre lo más puro posible, siendo imprescindible llevar a cabo un fraccionamiento que permita su aislamiento previo al análisis. El estudio de las bandas o señales obtenidas tras los análisis permite detectar la

presencia de diversos grupos funcionales (grupo amínico primario, amidas, aromáticos, grupos alquílicos, etc.) en poco tiempo, además de presentar una alta resolución (e.g. bandas de FTIR entre las longitudes de onda 950 y 1200 cm^{-1} correspondiente a las vibraciones de estiramiento de CO y CC en carbohidratos) [63]. A modo de ejemplo, Geun goo y col. [43] emplearon FTIR para la caracterización del EPS de *D. tertiolecta*, previamente aislado, observando que su estructura era similar a la amilosa (α -D-(1-4)-glucano). Dicha estructura fue confirmada mediante RMN, empleando tanto el espectro del protón (1H-RMN) como del carbono (13C-RMN).

En el caso de los polisacáridos sulfatados, habitualmente presentes en microalgas, las resonancias en el espectro de RMN cambian según las cantidades y posiciones de los sulfatos. La elevada densidad electrónica de los grupos sulfato provoca un efecto de desprotección de los núcleos atómicos vecinos, desplazando sus correspondientes señales hacia una región espectral de resonancias de frecuencias más altas. Los detalles de este desplazamiento de bandas para polisacáridos sulfatados (galactanos y mananos) ha sido recientemente revisada por Rodríguez Sánchez y col. [72].

4. CONCLUSIONES

Aunque existen diversas investigaciones centradas en la caracterización de los polisacáridos de microalgas, la información disponible hasta el momento sobre su composición es escasa y a menudo contradictoria. Esto es debido principalmente a la compleja composición de estos polisacáridos, que hace necesario el empleo combinado de diferentes técnicas analíticas para su caracterización, como si de piezas de un puzle se tratara. Aunque los acoplamientos GC-MS y LC-MS son los que proporcionan una mayor información estructural, tanto los métodos colorimétricos como el empleo de FTIR o RMN son imprescindibles para dicha caracterización.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la beca de Doctorado Industrial IND2023/BIO-27055 concedida a IQOG-CSIC y Microalgae Solutions, S.L., por la Comunidad de Madrid y por el proyecto de I+D+i PID2023-149799OB-C21, financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ y FEDER/UE

5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] C. Dupré, H. D. Burrows, M. G. Campos, C. Delattre, T. Encarnação, M. Fauchon, C. Gaignard, C. Hellio, J. Ito, C. Laroche, J. Legrand, P. Michaud, A. A. C. C. Pais, G. Pierre, B. Serive, M. M. Watanabe, Microalgal Biomass of Industrial Interest: Methods of Characterization, in: A. Nzihou (Ed.), *Handb. Charact. Biomass Biowaste Relat.-Prod.*, Springer International Publishing, Cham, 2020: pp. 537-639. https://doi.org/10.1007/978-3-030-35020-8_4.
- [2] L. Zhou, K. Li, X. Duan, D. Hill, C. Barrow, F. Dunshea, G. Martin, H. Suleria, Bioactive compounds in microalgae and their potential health benefits, *Food Biosci.* 49 (2022) 101932. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.101932>.
- [3] Y. Torres-Tiji, F. J. Fields, S. P. Mayfield, Microalgae as a future food source, *Biotechnol. Adv.* 41 (2020) 107536. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2020.107536>.
- [4] V. Mimouni, L. Ulmann, V. Pasquet, M. Mathieu, L. Picot, G. Bougaran, J.-P. Cadoret, A. Morant-Manceau, B. Schoefs, The Potential of Microalgae for the Production of Bioactive Molecules of Pharmaceutical Interest, *Curr. Pharm. Biotechnol.* 13 (2012) 2733-2750. <https://doi.org/10.2174/138920112804724828>.
- [5] R. Gallego, L. Montero, A. Cifuentes, E. Ibáñez, M. Herrero, Green Extraction of Bioactive Compounds from Microalgae, *J. Anal. Test.* 2 (2018) 109-123. <https://doi.org/10.1007/s41664-018-0061-9>.
- [6] M. Gouda, M. A. Tadda, Y. Zhao, F. Farmanullah, B. Chu, X. Li, Y. He, Microalgae Bioactive Carbohydrates as a Novel Sustainable and Eco-Friendly Source of Prebiotics: Emerging Health Functionality and Recent Technologies for Extraction and Detection, *Front. Nutr.* 9 (2022). <https://doi.org/10.3389/fnut.2022.806692>.
- [7] M. A. de Carvalho Silvello, I. Severo Gonçalves, S. Patrícia Held Azambuja, S. Silva Costa, P. Garcia Pereira Silva, L. Oliveira Santos, R. Goldbeck, Microalgae-based carbohydrates: A green innovative source of bioenergy, *Bioresour. Technol.* 344 (2022) 126304. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.126304>.
- [8] B. Sajjadi, W.-Y. Chen, A. A. A. Raman, S. Ibrahim, Microalgae lipid and biomass for biofuel production: A comprehensive review on lipid enhancement strategies and their effects on fatty acid composition, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 97 (2018) 200-232. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2018.07.050>.
- [9] I. Ibrahim, Z. Elbially, A review: Importance of chlorella and different applications, *Alex. J. Vet. Sci.* 65 (2020) 16. <https://doi.org/10.5455/ajvs.94847>.
- [10] S. Mobin, F. Alam, Some Promising Microalgal Species for Commercial Applications: A review, *Energy Procedia* 110 (2017) 510-517. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.03.177>.
- [11] C. Y. B. Oliveira, A. Jacob, C. Nader, C. D. L. Oliveira, Â. P. Matos, E. S. Araújo, N. Shabnam, B. Ashok, A. O. Gálvez, An overview on microalgae as renewable re-

- sources for meeting sustainable development goals, *J. Environ. Manage.* **320** (2022) 115897. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.115897>.
- [12] G. Pierre, C. Delattre, P. Dubessay, S. Jubeau, C. Vialleix, J.-P. Cadoret, I. Probert, P. Michaud, What Is in Store for EPS Microalgae in the Next Decade?, *Molecules* **24** (2019) 4296. <https://doi.org/10.3390/molecules24234296>.
- [13] S. Patel, Therapeutic importance of sulfated polysaccharides from seaweeds: updating the recent findings, *3 Biotech* **2** (2012) 171-185. <https://doi.org/10.1007/s13205-012-0061-9>.
- [14] P. A. Caetano, T. C. do Nascimento, A. S. Fernandes, P. P. Nass, K. R. Vieira, M. R. Maróstica Junior, E. Jacob-Lopes, L. Q. Zepka, Microalgae-based polysaccharides: Insights on production, applications, analysis, and future challenges, *Biocatal. Agric. Biotechnol.* **45** (2022) 102491. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2022.102491>.
- [15] T. Tannin-Spitz, M. Bergman, D. van-Moppes, S. Grossman, S. (Malis) Arad, Antioxidant activity of the polysaccharide of the red microalga *Porphyridium* sp, *J. Appl. Phycol.* **17** (2005) 215-222. <https://doi.org/10.1007/s10811-005-0679-7>.
- [16] J. Chen, J. Yang, H. Du, M. Aslam, W. Wang, W. Chen, T. Li, Z. Liu, X. Liu, Laminarin, a Major Polysaccharide in Stramenopiles, *Mar. Drugs* **19** (2021) 576. <https://doi.org/10.3390/md19100576>.
- [17] S. Bera, D. Mondal, J. T. Martin, M. Singh, Potential effect of ultrasound on carbohydrates, *Carbohydr. Res.* **410** (2015) 15-35. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2015.02.008>.
- [18] M. L. Mourelle, C.P. Gómez, J. L. Legido, The Potential Use of Marine Microalgae and Cyanobacteria in Cosmetics and Thalassotherapy, *Cosmetics* **4** (2017) 46. <https://doi.org/10.3390/cosmetics4040046>.
- [19] M. Meyer, L. Montero, S. W. Meckelmann, O. J. Schmitz, Comparative study for analysis of carbohydrates in biological samples, *Anal. Bioanal. Chem.* **414** (2022) 2117-2130. <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03845-z>.
- [20] Y. Yu, M. Shen, Q. Song, J. Xie, Biological activities and pharmaceutical applications of polysaccharide from natural resources: A review, *Carbohydr. Polym.* **183** (2018) 91-101. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.12.009>.
- [21] J. Qi, S. M. Kim, Characterization and immunomodulatory activities of polysaccharides extracted from green alga *Chlorella ellipsoidea*, *Int. J. Biol. Macromol.*, **95** (2017) 106-114. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.11.039>.
- [22] S. Chai, J. Shi, T. Huang, Y. Guo, J. Wei, M. Guo, L. Li, S. Dou, L. Liu, G. Liu, Characterization of *Chlorella sorokiniana* growth properties in monosaccharide-supplemented batch culture, *PLOS ONE* **13** (2018) e0199873. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0199873>.
- [23] Polysaccharides from *Spirulina platensis*: Extraction methods, structural features and bioactivities diversity, *Int. J. Biol. Macromol.* **231** (2023) 123211. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.123211>.
- [24] S. Guzmán, A. Gato, M. Lamela, M. Freire-Garabal, J. M. Calleja, Anti-inflammatory and immunomodulatory activities of polysaccharide from *Chlorella stigmatophora* and *Phaeodactylum tricornutum*, *Phytother. Res.* **17** (2003) 665-670. <https://doi.org/10.1002/ptr.1227>.
- [25] C. O. Pandeirada, É. Maricato, S. S. Ferreira, V. G. Correia, B. A. Pinheiro, D. V. Evtuguin, A. S. Palma, A. Correia, M. Vilanova, M. A. Coimbra, C. Nunes, Structural analysis and potential immunostimulatory activity of *Nannochloropsis oculata* polysaccharides, *Carbohydr. Polym.* **222** (2019) 114962. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.06.001>.
- [26] T. Fernandes, I. Fernandes, C. A. P. Andrade, A. Ferreira, N. Cordeiro, Marine microalgae monosaccharide fluctuations as a stress response to nutrients inputs, *Algal Res.* **24** (2017) 340-346. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2017.04.023>.
- [27] A. Kermanshahi-pour, T. J. Sommer, P. T. Anastas, J. B. Zimmerman, Enzymatic and acid hydrolysis of *Tetraselmis suecica* for polysaccharide characterization, *Bioresour. Technol.* **173** (2014) 415-421. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.09.048>.
- [28] The isolation and antioxidant activity of polysaccharides from the marine microalgae *Isochrysis galbana*, *Carbohydr. Polym.* **113** (2014) 22-31. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.06.058>.
- [29] A. Gnouma, I. Sadovskaya, A. Souissi, K. Sebai, A. Medhioub, T. Grard, S. Souissi, Changes in fatty acids profile, monosaccharide profile and protein content during batch growth of *Isochrysis galbana* (T.iso), *Aquac. Res.* **48** (2017) 4982-4990. <https://doi.org/10.1111/are.13316>.
- [30] X. Liu, M. Zhang, H. Liu, A. Zhou, Y. Cao, X. Liu, Preliminary characterization of the structure and immunostimulatory and anti-aging properties of the polysaccharide fraction of *Haematococcus pluvialis*, *RSC Adv.* **8** (2018) 9243-9252. <https://doi.org/10.1039/C7RA11153C>.
- [31] G. Zhao, X. Chen, L. Wang, S. Zhou, H. Feng, W.N. Chen, R. Lau, Ultrasound assisted extraction of carbohydrates from microalgae as feedstock for yeast fermentation, *Bioresour. Technol. Complete* (2013) 337-344. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.10.038>.
- [32] A. de S. e Silva, W. T. de Magalhães, L. M. Moreira, M. V. P. Rocha, A. K. P. Bastos, Microwave-assisted extraction of polysaccharides from *Arthrospira (Spirulina) platensis* using the concept of green chemistry, *Algal Res.* **35** (2018) 178-184. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2018.08.015>.
- [33] A. Pérez-Vázquez, M. Carpena, P. Barciela, L. Cassani, J. Simal-Gandara, M. A. Prieto, Pressurized Liquid Extraction for the Recovery of Bioactive Compounds from Seaweeds for Food Industry Application: A Re-

- view, *Antioxidants* 12 (2023) 612. <https://doi.org/10.3390/antiox12030612>.
- [34] A. Mena-García, A. I. Ruiz-Matute, A. C. Soria, M. L. Sanz, Green techniques for extraction of bioactive carbohydrates, *TrAC Trends Anal. Chem.* 119 (2019) 115612. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.07.023>.
- [35] Bioethanol production from the nutrient stress-induced microalga *Chlorella vulgaris* by enzymatic hydrolysis and immobilized yeast fermentation, *Bioresour. Technol.* 153 (2014) 47-54. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.11.059>.
- [36] J. Velazquez-Lucio, R. M. Rodríguez-Jasso, L. M. Colla, A. Sáenz-Galindo, D. E. Cervantes-Cisneros, C. N. Aguilar, B. D. Fernandes, H. A. Ruiz, Microalgal biomass pretreatment for bioethanol production: a review, *Biofuel Res. J.* 5 (2018) 780-791. <https://doi.org/10.18331/BRJ2018.5.1.5>.
- [37] P. L. Martins, L. C. Duarte, H. Pereira, A. Reis, F. Carvalho, Evaluation of different fractionation methods for the simultaneous protein and carbohydrate extraction from microalgae, *Biomass Convers. Biorefinery* (2024). <https://doi.org/10.1007/s13399-024-05279-w>.
- [38] K. Niaz, F. Khan, M. A. Shah, Chapter 18 - Analysis of carbohydrates (monosaccharides, polysaccharides), in: A. Sanches Silva, S. F. Nabavi, M. Saeedi, S. M. Nabavi (Eds.), *Recent Adv. Nat. Prod. Anal.*, Elsevier, 2020: pp. 621-633. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816455-6.00018-4>.
- [39] R. J. Linhardt, H. G. Bazin, Separation and Purification of Carbohydrates, in: B. O. Fraser-Reid, K. Tatsuta, J. Thiem (Eds.), *Glycosci. Chem. Chem. Biol. I-III*, Springer, Berlin, Heidelberg, 2001: pp. 63-74. https://doi.org/10.1007/978-3-642-56874-9_3.
- [40] A. A. Albalasmeh, A. A. Berhe, T. A. Ghezzehei, A new method for rapid determination of carbohydrate and total carbon concentrations using UV spectrophotometry, *Carbohydr. Polym.* 97 (2013) 253-261. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.04.072>.
- [41] J. H. Yim, S. J. Kim, S. H. Ahn, C. K. Lee, K. T. Rhie, H. K. Lee, Antiviral Effects of Sulfated Exopolysaccharide from the Marine Microalga *Gyrodinium impudicum* Strain KG03, *Mar. Biotechnol.* 6 (2004) 17-25. <https://doi.org/10.1007/s10126-003-0002-z>.
- [42] A. Ginzberg, E. Korin, S. (Malis) Arad, Effect of drying on the biological activities of a red microalgal polysaccharide, *Biotechnol. Bioeng.* 99 (2008) 411-420. <https://doi.org/10.1002/bit.21573>.
- [43] B. Geun Goo, G. Baek, D. Jin Choi, Y. Il Park, A. Synytsya, R. Bleha, D. Ho Seong, C.-G. Lee, J. Kweon Park, Characterization of a renewable extracellular polysaccharide from defatted microalgae *Dunaliella tertiolecta*, *Bioresour. Technol.* 129 (2013) 343-350. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.11.077>.
- [44] V. Nagaraj, N. Upadhyay, B. S. N. and A. K. Singh, V. Nagaraj, N. Upadhyay, B. S. N. and A. K. Singh, Advances in Fractionation and Analysis of Milk Carbohydrates, in: *Technol. Approaches Nov. Appl. Dairy Process.*, IntechOpen, 2018. <https://doi.org/10.5772/intechopen.76312>.
- [45] L.J. Kiely, R.M. Hickey, Characterization and Analysis of Food-Sourced Carbohydrates, in: G.P. Davey (Ed.), *Glycosylation Methods Protoc.*, Springer US, New York, NY, 2022: pp. 67-95. https://doi.org/10.1007/978-1-0716-1685-7_4.
- [46] K. Kucharska, P. Rybarczyk, I. Hołowacz, R. Łukajtis, M. Glinka, M. Kamiński, Pretreatment of Lignocellulosic Materials as Substrates for Fermentation Processes, *Molecules* 23 (2018) 2937. <https://doi.org/10.3390/molecules23112937>.
- [47] T. García Bárcena, Biorrefinería de Microalgas: *Hidrólisis Enzimática de Polisacáridos y Proteínas* (2020). <https://doi.org/10/50372>.
- [48] K. K. A. Sanjeewa, K. H. I. N. M. Herath, Y.-S. Kim, Y.-J. Jeon, S.-K. Kim, Enzyme-assisted extraction of bioactive compounds from seaweeds and microalgae, *TrAC Trends Anal. Chem.* 167 (2023) 117266. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2023.117266>.
- [49] S. Charoensiddhi, A. J. Lorbeer, J. Lahnstein, V. Bulone, C. M. M. Franco, W. Zhang, Enzyme-assisted extraction of carbohydrates from the brown alga *Ecklonia radiata*: Effect of enzyme type, pH and buffer on sugar yield and molecular weight profiles, *Process Biochem.* 51 (2016) 1503-1510. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2016.07.014>.
- [50] H. G. Gerken, B. Donohoe, E. P. Knoshaug, Enzymatic cell wall degradation of *Chlorellavulgaris* and other microalgae for biofuels production, *Planta* 237 (2013) 239-253. <https://doi.org/10.1007/s00425-012-1765-0>.
- [51] M. Kurzyńska-Szklarek, J. Cybulska, A. Zdunek, Analysis of the chemical composition of natural carbohydrates – An overview of methods, *Food Chem.* 394 (2022) 133466. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.133466>.
- [52] J. N. BeMiller, Carbohydrate Analysis, in: S. S. Nielsen (Ed.), *Food Anal.*, Springer International Publishing, Cham, 2017: pp. 333-360. https://doi.org/10.1007/978-3-319-45776-5_19.
- [53] X. Yan, Chapter 14 - Carbohydrate analysis by high-performance liquid chromatography (HPLC) with evaporative light-scattering detection (ELSD), in: Z. El Rassi (Ed.), *Carbohydr. Anal. Mod. Liq. Phase Sep. Tech. Second Ed.*, Elsevier, Amsterdam, 2021: pp. 631-644. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821447-3.00013-5>.
- [54] C. Schulze, A. Strehle, S. Merdivan, S. Mundt, Carbohydrates in microalgae: Comparative determination by TLC, LC-MS without derivatization, and the photometric thymol-sulfuric acid method, *Algal Res.* 25 (2017) 372-380. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2017.05.001>.
- [55] D. W. Templeton, M. Quinn, S. Van Wychen, D. Hyman, L. M. L. Laurens, Separation and quantification of microalgal carbohydrates, *J. Chromatogr. A* 1270 (2012) 225-234. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2012.10.034>.
- [56] M. J. Scholz, T. L. Weiss, R. E. Jinkerson, J. Jing, R. Roth, U. Goodenough, M. C. Posewitz, H. G. Gerken, Ultra-

- structure and Composition of the Nannochloropsis gaditana Cell Wall, *Eukaryot. Cell* 13 (2014) 1450-1464. <https://doi.org/10.1128/ec.00183-14>.
- [57] S. J. Lehotay, J. Hajšlová, Application of gas chromatography in food analysis, *TrAC Trends Anal. Chem.* 21 (2002) 686-697. [https://doi.org/10.1016/S0165-9936\(02\)00805-1](https://doi.org/10.1016/S0165-9936(02)00805-1).
- [58] A. I. Ruiz-Matute, O. Hernández-Hernández, S. Rodríguez-Sánchez, M. L. Sanz, I. Martínez-Castro, Derivatization of carbohydrates for GC and GC-MS analyses, *J. Chromatogr. B* 879 (2011) 1226-1240. <https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2010.11.013>.
- [59] L. Jie, Z. Yuan, Z. Yu, F. Xue-song, Progress in the pre-treatment and analysis of carbohydrates in food: An update since 2013, *J. Chromatogr. A* 1655 (2021) 462496. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2021.462496>.
- [60] M. Rivas, A. Martín, J. P. de la Roche, A. C. Soria, A. I. Ruiz-Matute, M. L. Sanz, Characterization of carbohydrates present in microalgae consortia (phytoplankton holobiont) with application in the food and cosmetic industry, XXII Meeting of the Spanish Society of Chromatography and Related Techniques (SECyTA) Mallorca, Spain, 2023.
- [61] S. Santoyo, L. Jaime, M. Plaza, M. Herrero, I. Rodríguez-Meizoso, E. Ibañez, G. Reglero, Antiviral compounds obtained from microalgae commonly used as carotenoid sources, *J. Appl. Phycol.* 24 (2012) 731-741. <https://doi.org/10.1007/s10811-011-9692-1>.
- [62] I. Ciucanu, Per-O-methylation reaction for structural analysis of carbohydrates by mass spectrometry, *Anal. Chim. Acta* 576 (2006) 147-155. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2006.06.009>.
- [63] Q. Guo, L. Ai, S. W. Cui, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) for Carbohydrate Analysis, in: Q. Guo, L. Ai, S. Cui (Eds.), *Methodol. Struct. Anal. Polysacch.*, Springer International Publishing, Cham, 2018: pp. 69-71. https://doi.org/10.1007/978-3-319-96370-9_9.
- [64] S.-I. Hakomori, A Rapid Permethylation of Glycolipid, and Polysaccharide Catalyzed by Methylsulfinyl Carbanion in Dimethyl Sulfoxide, *J. Biochem. (Tokyo)* 55 (1964) 205-208. <https://doi.org/10.1093/oxfordjournals.jbchem.a127869>.
- [65] M. L. Sanz, I. Martínez-Castro, Recent developments in sample preparation for chromatographic analysis of carbohydrates, *J. Chromatogr. A* 1153 (2007) 74-89. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2007.01.028>.
- [66] I. M. Sims, S. M. Carnachan, T. J. Bell, S. F. R. Hinkley, Methylation analysis of polysaccharides: Technical advice, *Carbohydr. Polym.* 188 (2018) 1-7. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.12.075>.
- [67] A. Chiovitti, P. Molino, S. A. Crawford, R. Teng, T. Spurck, R. Wetherbee, The glucans extracted with warm water from diatoms are mainly derived from intracellular chrysolaminaran and not extracellular polysaccharides, *Eur. J. Phycol.* 39 (2004) 117-128. <https://doi.org/10.1080/0967026042000201885>.
- [68] N. Muñoz-Almagro, B. Gilbert-López, P.-R. M. Carmen, Y. García-Fernandez, C. Almeida, M. Villamiel, J. A. Mendiola, E. Ibañez, Exploring the Microalga *Euglena cantabrica* by Pressurized Liquid Extraction to Obtain Bioactive Compounds, *Mar. Drugs* 18 (2020) 308. <https://doi.org/10.3390/md18060308>.
- [69] C. S. de Jesús, D. de Jesús Assis, M. B. Rodríguez, J. A. Menezes Filho, J. A. V. Costa, E. de Souza Ferreira, J. I. Druzian, Pilot-scale isolation and characterization of extracellular polymeric substances (EPS) from cell-free medium of *Spirulina* sp. LEB-18 cultures under outdoor conditions, *Int. J. Biol. Macromol.* 124 (2019) 1106-1114. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.016>.
- [70] J. Wang, J. Zhao, S. Nie, M. Xie, S. Li, MALDI mass spectrometry in food carbohydrates analysis: A review of recent researches, *Food Chem.* 399 (2023) 133968. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.133968>.
- [71] J. Wang, J. Zhao, S. Nie, M. Xie, S. Li, Rapid profiling strategy for oligosaccharides and polysaccharides by MALDI TOF mass spectrometry, *Food Hydrocoll.* 124 (2022) 107237. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107237>.
- [72] R. A. Rodríguez Sánchez, M. C. Matulewicz, M. Ciancia, NMR spectroscopy for structural elucidation of sulfated polysaccharides from red seaweeds, *Int. J. Biol. Macromol.* 199 (2022) 386-400. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.12.080>.

NOTICIAS DE LA SECyTA

XXIII REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA (52.ª REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GCTA)

El Comité Organizador de la XXIII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA 2024) tiene el placer de invitarte a participar en esta edición que se celebrará en la Facultad de Farmacia y Nutrición de la Universidad de Navarra (Pamplona), entre los días 23 y 25 de octubre de 2024.

Programa científico

La XXIII Reunión Científica de la SECyTA se centrará, entre otros, en a) los nuevos desarrollos en instrumentación analítica y sistemas de detección; b) fundamentos de la cromatografía y de las técnicas afines; c) métodos de preparación de muestra; d) análisis ambiental e industrial; e) análisis biológico, toxicológico y forense; f) análisis de alimentos y nutricional, y g) quimiometría, procesado de datos y técnicas ómicas.

Además, se organizará una mesa redonda sobre cromatografía e inteligencia artificial. Cuatro expertos hablarán acerca de la IA, su aplicación en la investigación científica y su aportación a la cromatografía.

Comité organizador

Chairwomen:

- Elena González Peñas, *Universidad de Navarra*.
- Elena Lizarraga Pérez, *Universidad de Navarra*.

Miembros:

- Ana M.ª García Campaña, *Universidad de Granada*.
- Juan Vicente Sancho Llopis, *Universidad Jaume I*.
- Jordi Díaz Ferrero, *Universidad Ramón Llull*.
- Ana Romo Hualde, *Universidad de Navarra*.
- Iziar A. Ludwig Sanz-Orrio, *Universidad de Navarra*.
- David Muñoz Prieto, *Universidad de Navarra*.
- Ángel Irigoyen Barrio, *Universidad de Navarra*.

Comité científico

- Elena González Peñas, *Universidad de Navarra*.
- Elena Lizarraga Pérez, *Universidad de Navarra*.

- Ana M.ª García Campaña, *Universidad de Granada*.
- Francisco Javier Santos Vicente, *Universidad de Barcelona*.
- Joan O. Grimalt, *IDAEA-CSIC*.
- Juan Vicente Sancho Llopis, *Universidad Jaume I*.
- Jordi Díaz Ferrero, *Universidad Ramon Llull*.
- Begoña Jiménez Luque, *IQOG-CSIC*.
- Belén Gómara Moreno, *IQOG-CSIC*.
- José A. González Pérez, *IRNAS-CSIC*.
- Mario Fernández Martín, *IQOG-CSIC*.
- Marta Lores Aguin, *Universidad de Santiago de Compostela*.
- Núria Fontanals Torroja, *Universidad Rovira i Virgili*.

Conferenciantes invitados

- **Cecilia Gagliero. Univerità degli Studi di Torino.** *Going greener in analytical extraction for a sustainable characterization of natural products.*
- **José Bernal del Nozal. University of Valladolid.** *Determination of contaminants in bee products by using chromatographic techniques.*
- **Gabriel Vivó-Ttruyols. Tecnometrix.** *Automated (big) data treatment in chromatography: a paradigm shift.*
- **Frédéric Béen. Vrije Universiteit and KWR Water Research Institute (Amsterdam).** *Novel developments to monitor environmental contaminants and their transformation products in the aquatic environment using high-resolution mass spectrometry and data science.*
- **Jennifer Kirwan. Charité University Hospital.** *The metabolome and the immune system; why good chromatography matters!*

Premios

Premio José Antonio García-Domínguez

Un año más, se convoca la XIX Edición de los Premios José Antonio García-Domínguez, cuyo objetivo es el reconocimiento del mérito científico de los trabajos presentados por los jóvenes investigadores, tanto en forma de cartel como en exposiciones orales. Como

siempre, estos premios están patrocinados por Bruker y, en esta edición, tienen las siguientes modalidades:

- Premio a la mejor comunicación oral: 800 €.
- Premio a la segunda mejor comunicación oral: 600 €.
- Premio al mejor póster: 400 €.
- Premio al segundo mejor póster: 300 €.

Premio a la *Mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines*

De igual forma, se ha convocado la 3.ª edición de este premio para cualquier socio de SECyTA que haya defendido su Tesis Doctoral a lo largo del año 2023. El premio consiste en un diploma acreditativo y un cheque nominativo de 1.000 €. Con carácter excepcional, se podrá conceder, si así lo estima oportuno el jurado, un segundo premio, consistente en un diploma acreditativo y un cheque de 500 €. Se pueden consultar las bases en la web de SECyTA (<https://www.secyta.es/es/newdescription/1109>).

Becas

Los jóvenes investigadores que deseen conseguir una ayuda para asistir a la reunión de SECyTA 2024 de Pamplona, pueden solicitar una beca a la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

Quienes la soliciten, deberán pagar la cuota de inscripción como cualquier otro participante. Los formularios y requisitos para la solicitud de la beca de asistencia a la reunión SECyTA 2024, se encuentran en la web de la Sociedad (<https://www.secyta.es/es/grantssecyta>).

Fechas clave

15 de julio de 2024

Fecha límite de envío de resúmenes.

9 de septiembre de 2024

Comunicación de aceptación/rechazo de resúmenes.

15 de septiembre de 2024

Fecha límite de envío de pósteres de última hora.

16 de septiembre de 2024

Fecha límite para la solicitud de beca.

16 de septiembre de 2024

Fecha límite de inscripción anticipada (*early bird*).

Inscripción y cuotas

La inscripción se debe realizar a través del enlace que hay en la web del congreso (<http://secyta2024.activacongresos.com/registration/>). La cuota de inscripción incluye el acceso a todas las conferencias plenarios, sesiones de póster y orales, la exhibición de casa comerciales, los *coffee breaks*, las comidas de los días 23, 24 y 25, el cóctel de bienvenida, la cena de gala, una copia del libro de resúmenes (PDF) y el certificado de asistencia y/o participación.

Tarifa ¹	Hasta el 16 de septiembre	A partir del 17 de septiembre
Miembros de SECyTA o SEEM	450 €	550 €
General	500 €	600 €
Estudiantes socios de SECyTA o SEEM	250 €	300 €
Estudiantes	270 €	320 €

¹ IVA 21 % incluido.

Número especial

Al igual que en ediciones anteriores, animamos a todos los participantes a presentar sus trabajos dentro de un volumen especial virtual en la revista especializada *Journal of Chromatography A* dedicado a la reunión SECyTA 2024 de Pamplona. Más información en la web de la reunión (<http://secyta2024.activacongresos.com/guideline-for-abstract-submission/>).

NUEVOS SOCIOS

2072

Rajchman Hofman, Mikaela
Nuñez de Balboa, 92. 28006 Madrid

2073

Martín Gómez, Beatriz
Teresa Gil, 26. 47002 Valladolid

2074

Sánchez Martín, Águeda María
San Bartolomé, 48. 21860 Villalba del Alcor (Huelva)

2075

Vega Morales, Tanausú
Duque de Osuna, 84. 35118 Agüimes (Las Palmas)

2076

Álvarez Romero, María
Colón, 24. 23460 Peal de Becerro (Jaén)

2077

Ludwig Sanz-Orrio, Iziar Amaia
Edificio de Investigación, Universidad de Navarra
Irunlarrea, 1. 31008 Pamplona (Navarra)

2078

Rodríguez Murillo, Natalia
Pere Prat, 4. 08225 Terrassa (Barcelona)

2079

Sales Alba, Albert
Rambla Marquesa CastellBell, 73. 08980 Sant Feliu de
Llobregat (Barcelona)

2080

García Cansino, Laura
Calderón de la Barca, 5. 28805 Alcalá de Henares (Madrid)

2081

Díez Rodríguez, Marta
Instituto de Química Orgánica General (IQOG-CSIC)
Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid

2082

Romo Hualde, Ana
Edificio CIFA, Universidad de Navarra
Irunlarrea, 8. 31008 Pamplona (Navarra)

2083

Irigoyen Barrio, Ángel María
Edificio CIFA, Universidad de Navarra
Irunlarrea, 1. 31008 Pamplona (Navarra)

2084

López Juan, Andreu Lleir
Dpto. de Química Analítica, Universitat de València
Doctor Moliner, 50. 46100 Burjassot (Valencia)

2085

Moreno Calleja, Luis Miguel
Pablo Iglesias Posse, 25. 46250 L'Alcúdia (Valencia)

2086

González Palacios, Patricia
Real de Cartuja, 63. 18012 Granada

2088

Solé Domènech, Laura
Facultat de Química, Universitat Rovira i Virgili
Marcelí Domingo, 1. 43007 Tarragona

2089

Palma Manrique, Rosa María
Arratia, 20. 28802 Alcalá de Henares (Madrid)

2090

Rubio Marín, Carlos
Edificio Polivalente, Universidad de Alcalá
Ctra. Madrid-Barcelona Km 33.6.
28805 Alcalá de Henares (Madrid)

2091

Martínez Olivares, José Agustín
Arratia, 20. 28002 Alcalá de Henares (Madrid)

2092

Sebastián Casañas, Javier
Llobregat, 5-7. 08635 Sant Esteve Sesrovires (Barcelona)

2093

González Hernández, Miriam
Donat, 11. 12002 Castellón de la Plana

2094

Muñoz Prieto, David
Centro de Investigación en Nutrición, Univ. de Navarra
Irunlarrea, 1. 31008 Pamplona

2095

Lobo González, Ana
Muga, 10. 31180 Zizur Mayor (Navarra)

3.ª EDICIÓN DEL PREMIO SECyTA A LA MEJOR TESIS DOCTORAL EN CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES (Aprobado por la Junta de Gobierno de la SECyTA el 11 de abril de 2024)

La Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) convoca, en su 3.ª edición en 2024, el premio SECyTA a la mejor tesis doctoral. Este premio tiene por objeto reconocer el mérito científico de las tesis doctorales realizadas por los socios de la SECyTA sobre Cromatografía y sus Técnicas Afines.

El premio se regirá por las siguientes bases:

- Habrará un único premio indivisible en el que se entregará al ganador un diploma acreditativo y un cheque nominativo de 1.000 €. El premio podrá ser declarado desierto. El jurado podrá otorgar excepcionalmente un accésit, que consistirá en un diploma acreditativo y 500 €, en el caso que lo considere necesario.
- Podrá optar al premio cualquier socio de la SECyTA que haya defendido su tesis doctoral entre el 1 de enero y el 31 de diciembre de 2023.
- Los candidatos deben ser socios de SECyTA en la fecha de la defensa de la Tesis Doctoral, con una antigüedad mínima de un año en relación a la fecha de cierre de esta convocatoria y deberán estar al corriente del pago de la cuota de la Sociedad en la fecha de convocatoria del presente premio.
- Las candidaturas deberán remitirse a la secretaria de la SECyTA por correo electrónico (secretaria@secyta.es) antes del **1 de junio de 2024**, incluyendo la siguiente documentación en un fichero comprimido o a través de una plataforma de envío de grandes ficheros (WeTransfer, Google Drive, Dropbox, etc.):
 - Carta de solicitud de participación en el premio.
 - Certificado acreditativo de la fecha de defensa de la tesis doctoral.
 - Ejemplar de la tesis doctoral en formato pdf.
 - Curriculum Vitae* del candidato (en formato normalizado de la FECYT).
 - Resumen de la tesis doctoral, destacando aquellos aspectos más relevantes de su aportación científica en el área de las técnicas separativas/cromatográficas y afines (máximo 2 páginas^[1]).
- Foto del candidato con la finalidad de su publicación en el Boletín de SECyTA, caso de ser premiado.
- Anexo con una relación de las publicaciones y comunicaciones a congresos relacionadas directamente con la Tesis doctoral, incluyendo los indicios de calidad (área JCR, índice de impacto, posición en el área, número de citas) de las aportaciones que se presenten como artículos científicos.
- El jurado del premio estará formado por entre 3-5 investigadores expertos, nombrados por la Junta de Gobierno de la Sociedad, que no tengan publicaciones comunes con los candidatos presentados.
- Las decisiones del jurado se tomarán por votación secreta y serán inapelables.
- Los criterios de concesión se basarán en la calidad y el carácter innovador de la investigación científica llevada a cabo por cada participante.w
- El fallo del jurado se comunicará con suficiente antelación antes de la reunión científica de SECyTA y en esta edición el premio se entregará durante la celebración de la XXIII Reunión Anual de la SECyTA que se celebrará en Pamplona del 23 al 25 de octubre de 2024.
- En el Acto de entrega del premio, se invitará al/la ganador/a a realizar una breve presentación de su tesis doctoral (máximo 5 minutos) que resuma las principales aportaciones y conclusiones.
- La concurrencia a este premio supone la aceptación de las bases del mismo.

JUAN VICENTE SANCHO
Secretario de la SECyTA

^[1] En el caso de una tesis escrita en otra lengua diferente a castellano o inglés se aportará un resumen extendido (máximo 4 páginas) escrito en cualquiera de estos dos idiomas.

PREMIO SECyTA A LA MEJOR TESIS DOCTORAL EN CROMATOGRFÍA Y TÉCNICAS AFINES

3.ª Edición del Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines

El pasado 11 de abril de 2024, la Junta de la SECyTA aprobó la convocatoria de la 3.ª edición de los Premios SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines, información que fue puesta en conocimiento de todos los socios mediante correo electrónico, web y redes sociales el día 23 de abril.

Una vez llevado a cabo todo el proceso descrito en las bases, el jurado creado para tal efecto emitió su veredicto el día 9 de septiembre de este año, en el que se destaca "el elevado carácter innovador y calidad científica de todas las tesis doctorales presentadas a esta edición de los Premios". El veredicto final fue el siguiente:

Premio SECyTA a Tesis doctorales leídas en 2023 concedida a la Tesis titulada ***Application of Advanced***

Analytical Strategies and Metabolomics Approaches for the Authenticity Assessment and Food Safety of Spices and Culinary Herbs, defendida por la **Dra. Araceli Rivera Pérez**, dirigida por los Drs. Antonia Garrido Frenich y Roberto Romero González, y presentada en la Universidad de Almería, en 2023.

Asimismo, teniendo en cuenta la elevada calidad científica y aportación innovadora en Cromatografía y Técnicas Afines del resto de Tesis Doctorales presentadas, se acuerda conceder el accésit que prevé la convocatoria de esta 3.ª edición en su punto 1 a la Tesis Doctoral titulada ***Development and Application of Metal-Organic Frameworks and Other Materials in Microextraction/Chromatographic Techniques and Sensing***, defendida por el **Dr. Héctor Martínez Pérez-Cejuela**, dirigida por los Drs. José Manuel Herrero Martínez y Ernesto Simó Alfonso, y presentada en la Universitat de València, en 2023.

Resumen tesis Premio Mejor Tesis SECyTA 3.ª Edición del Premio, convocatoria de 2023



Aplicación de estrategias analíticas avanzadas y enfoques metabolómicos para la evaluación de la autenticidad y seguridad alimentaria de especias y hierbas culinarias

Autora: **Araceli Rivera Pérez**

Directores: Antonia Garrido Frenich, Roberto Romero González.

Grupo de investigación: Química Analítica de Contaminantes (FQM 170), Universidad de Almería

Fecha de defensa: 28 de septiembre de 2023.

La demanda actual de especias y hierbas culinarias está creciendo en Europa debido al interés por los nuevos sabores, la tendencia hacia nuevos hábitos alimentarios más saludables y al auge de la denominada "gastronomía étnica" en las civilizaciones occidentales. A medida que el comercio de los condimentos ha aumentado a nivel mundial, dichas matrices se han convertido en productos susceptibles de sufrir fraude alimentario. Esto es debido a las largas y complejas cadenas de suministro de la industria de los condimentos y a que, a menudo, las especias y las hierbas culinarias se suministran en forma molida, ampliando las posibilidades de que se produzcan prácticas fraudulentas. En este contexto, la presente Tesis Doctoral proporciona herramientas analíticas avanzadas combinadas con enfoques metabolómicos para evaluar la autenticidad y la seguridad alimenta-

ria de especias y hierbas culinarias de elevado interés y consumo mundial.

La Tesis se organiza en dos bloques. El primero aborda la aplicación de la metabolómica para la evaluación de la autenticidad de especias y hierbas culinarias. El segundo se enfoca en el control de calidad de dichas matrices, examinando peligros químicos incluyendo tanto compuestos naturales como contaminantes prioritarios.

Se presentan estudios de metabolómica que hacen uso de la metodología de huella dactilar (fingerprinting) para garantizar la autenticidad de pimienta negra según su origen geográfico (Brasil, Vietnam y Sri Lanka) y técnica de procesado (esterilizado vs. no tratado). Se utilizan técnicas avanzadas como cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas.

tografía de gases/líquidos-espectrometría de masas de alta resolución (GC-HRMS y LC-HRMS) y resonancia magnética nuclear de protón (^1H NMR), junto con herramientas estadísticas multivariantes para discriminar las muestras e identificar marcadores químicos. Además, se explora la fusión de datos multitécnica, escasamente estudiada en este campo. De igual forma, se describen estudios sobre la autenticación de tomillo según su origen (España, Polonia y Ma-

ruecos) y técnica de procesado, utilizando GC-HRMS, LC-HRMS y ^1H NMR, mediante la metodología de huella dactilar y el enfoque de perfil de componentes fenólicos, junto con fusión de datos. El segundo bloque de la Tesis se centra en la seguridad alimentaria, con revisiones de métodos cromatográficos desarrollados para identificar peligros químicos en condimentos, como alquienilbencenos, alcaloides y plastificantes.

Resumen tesis Accésit Mejor Tesis SECyTA 3.ª Edición del Premio, convocatoria de 2023



Development and Application of Metal-Organic Frameworks and Other Materials in Microextraction/Chromatographic Techniques and Sensing

Autor: **Héctor Martínez Pérez-Cejuela**

Directores: Drs. José Manuel Herrero Martínez y Ernesto Simó Alfonso.

Grupo de investigación: CLECEM, departamento de Química Analítica, Universidad de Valencia

Fecha de la defensa: 7 de septiembre de 2023.

La importancia del tratamiento de muestra cada vez es más notoria en la química analítica actual debido a la alta complejidad de las muestras, los bajos niveles de concentración de analitos o la incompatibilidad de la matriz con el sistema de detección, entre otras. Aunque, si bien es cierto que en ocasiones este proceso es necesario, el desarrollo de métodos de detección temprana, simples y no invasivos, son también de vital importancia. La presente Tesis Doctoral gira en torno a ambas premisas. Concretamente, se han abordado dos grandes líneas: i) la síntesis de nuevos materiales para el aislamiento de analitos de interés en muestras reales complejas, y ii) el diseño de dispositivos analíticos basados en papel con fines de detección rápida.

En el objetivo i) se desarrollaron métodos utilizando diferentes materiales como fases extractivas (por ejemplo, redes metal-orgánicas (MOFs), polímeros orgánicos, etc.). Los sorbentes se han aplicado a varias muestras reales, tanto de origen ambiental, alimenticio como biológico, con el fin de retener una amplia gama de analitos, destacando pesticidas, vitaminas, cannabinoides, antibióticos, etc. Los formatos utilizados son muy diversos, incluyendo cartuchos convencionales de extracción en fase sólida, imanes, papeles de filtro 1 cm^2 , microcartuchos, entre otros. En algunos casos, se evaluó la hibridación de los materiales individuales, lo que mostró efectos sinérgicos y características mejoradas en el material híbrido final. Todos

los materiales fueron caracterizados en profundidad y los métodos fueron rigurosamente validados y comparados, en la mayoría de los casos, con materiales de referencia, comerciales o análogos.

En el objetivo ii) se han estudiado diferentes dispositivos analíticos de papel microfluidicos (μPADs) para el análisis en el punto de atención (POC). Con este propósito, se diseñaron varias alternativas. Primero, dispositivos portátiles y ligeros de flujo vertical con materiales de papelería accesibles. Esta metodología se aplicó a la especiación Fe(II)/Fe(III) y la cuantificación de compuesto fenólicos en muestras de vino y frutas. Los trabajos desarrollados son fruto de una estancia breve de investigación de 3 meses en Oporto, Portugal. Con el segundo diseño basado en impresión con cera, se desarrollaron aplicaciones de biosensado utilizando enzimas bioluminiscentes (luciferasas). En este caso, se realizó una primera contribución estudiando la mutagénesis del ADN complementario (cADN). A continuación, se unió ZIF-8 a dicha luciferasa y el biocompuesto resultante se aplicó exitosamente como sonda bioluminiscente, mejorando las características de las enzimas de origen. Finalmente, se desarrolló un sensor μPAD con esta biosonda híbrida para la determinación de ATP en orina y, consecuentemente, para su posterior aplicación al análisis rápido de infección del tracto urinario en el punto de atención. Estas últimas contribuciones son el resultado de una estancia de investigación de 6 meses en Bolonia, Italia.



IN MEMORIAM MANUEL V. DABRIO (1938-2024)

El pasado 1 de febrero falleció en Madrid Manuel V. Dabrio Bañuls, Profesor de Investigación del Consejo Superior de Investigaciones Científicas y uno de los iniciadores de la Cromatografía de Gases en España.

Manuel Dabrio, Manolo para algunos de sus colegas y Dabrio para otros, había nacido en Sevilla, en cuya universidad se licenció en Ciencias Químicas. Realizó su tesis doctoral en el Instituto de la Grasa (CSIC) sobre el tema "Absorción Óptica en el UV de los Ácidos Grasos del Aceite de Oliva". La necesidad de nuevas técnicas analíticas para el estudio de aceites vegetales, le llevó a hacer una estancia postdoctoral en la Escuela Politécnica de París, en el Laboratorio de Química, dirigido por el Profesor Léon Jacqué. Allí se especializó en Cromatografía de Gases (CG) bajo la dirección de un entonces joven profesor de ese laboratorio, Georges Guiochon, que trabajaba entre otros temas en el desarrollo y aplicación de columnas capilares en CG.

A su regreso a España, en 1967, obtuvo por oposición una plaza de Colaborador Científico en el Instituto de Química Orgánica General (IQOG, CSIC) y se incorporó al Departamento de Análisis y Técnicas Instrumentales. En ese departamento, donde ya se utilizaba la CG para análisis de rutina, Manolo impulsó la investigación en esta técnica con temas tales como el desarrollo de columnas con gradiente de fase estacionaria para cromatografía preparativa, nuevos adsorbentes orgánicos para cromatografía o cromatografía de gases de compuestos orgánicos con funciones nitrogenadas. A pesar de la limitación de medios económicos que tenía entonces la investigación científica en nuestro país, abordó temas de innovación instrumental en CG; en concreto, comenzó con la preparación de columnas capilares de vidrio y las modificaciones instrumentales que el uso de estas requería, aplicándolas al estudio de aceites esenciales y al desarrollo de nuevas técnicas de CG de compuestos orgánicos nitrogenados, un problema "difícil" entonces para el análisis de muchos fármacos. Manolo tenía excelentes cualidades para la investigación en aspectos teóricos de la cromatografía. En este campo realizó estudios de optimización de separaciones en columnas capilares de CG y de correlación entre estructura molecular y retención cromatográfica. Cuando la Cromatografía de Líquidos de Alta Eficacia (HPLC) empezó a desarrollarse, su grupo de investiga-



ción del IQOG fue uno de los primeros de España en utilizarla, aplicándola al estudio del envejecimiento de mantequillas y al aceite de colza, y empleando columnas capilares de sílice fundida. Su labor investigadora y formativa se plasmó en tesis doctorales y múltiples publicaciones y comunicaciones a congresos nacionales e internacionales, y en un grupo de investigación experto en técnicas instrumentales de separación que continúa hoy la labor emprendida por él en el IQOG.

Manolo era un firme partidario de la colaboración para llegar más lejos en ciencia. Desde su incorporación al IQOG organizó numerosos cursos de CG en los que participaron como profesores muchos de los que en esos momentos tenían ya una cierta experiencia en la técnica. Tras el curso que se organizó en 1970, Manolo emprendió el proyecto de escribir un libro colectivo sobre CG en español. En 1971 apareció el libro *Cromatografía de Gases* en dos volúmenes, publicado por la Editorial Alhambra y editado por M. V. Dabrio. Fue una de las primeras obras monográficas sobre el tema publicadas en nuestro país y en la que participaron un buen número de expertos nacionales.

En colaboración con Miguel Gassiot del Instituto Químico de Sarriá, creó el Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA). El Grupo se constituyó en

1972 como Grupo Especializado de la Real Sociedad Española de Física y Química con la finalidad de organizar reuniones científicas nacionales y locales, coloquios y cursos de formación. El GCTA fue uno de los primeros foros españoles para la presentación de nuevos resultados de investigación y la discusión de ideas en técnicas de separación. Su primera Junta de Gobierno tuvo como Presidenta a María Josefa Molera, como Vicepresidentes a Manuel Dabrio y Miguel Gassiot, como Secretario a José Antonio García Domínguez, como Tesorera a María Dolores Cabezado y como Vocales a Juan Albaigés, Francisco Farré-Rius, Luis Gascó y José Alberola, es decir, una amplia representación de los que trabajaban en CG en España en ese momento. El reconocimiento internacional del GCTA se logró con la organización del 10th International Symposium on Chromatography, en colaboración con Le Groupement pour l'Avance des Méthodes Spectroscopiques et Physico-Chimiques (GAMS) francés, el Gas Chromatography Discussion Group inglés y Expoquimia. Este congreso se celebró en Barcelona en septiembre-octubre de 1974 y Manolo formó parte del Comité Científico. Manolo fue un firme impulsor del Grupo, primero desde la Junta de Gobierno, después desde su Presidencia (1980-1984) y, tras dejar los puestos de responsabilidad en él, como un miembro más participando en reuniones y aportando nuevas ideas para su mejor funcionamiento. El GCTA fue creciendo y se transformó en el año 2000 en una sociedad científica independiente de la Real Sociedad de Química: es la actual Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA), que conserva el espíritu y los fines del GCTA.

Manolo impulsó desde 1975 las Jornadas de Análisis Instrumental (JAIs), una reunión científica nacional, que se celebraba cada tres años en el marco de Expoquimia, en la que colaboraban diferentes sociedades españolas relacionadas con la química analítica y permitía la presentación y discusión de los avances que se hacían en España en diferentes campos del análisis instrumental.

Manolo era una persona dialogante, con una visión amplia y moderna de la investigación científica. Estas cualidades le llevaron a vivir en primera fila y con gran dedicación la transformación científica del CSIC, que estuvo asociada con los cambios políticos de España a partir de 1975. En 1974 fue nombrado Secretario del IQOG. Poco tiempo después comenzó una profunda remodelación del CSIC hacia un sistema más participativo del personal investigador, técnico y administrativo en la gestión de sus institutos y en la inves-

tigación que en ellos se hacía. La capacidad de Manolo para convencer a personas con ideas distintas, y aun opuestas, de que se requería un sistema más abierto de gestión del IQOG, hizo que fuese elegido como Director del Instituto por su Claustro Científico en 1979. Desde ese puesto lideró los cambios administrativos, de modernización y, sobre todo, de financiación científica del IQOG como consecuencia del nuevo Reglamento del CSIC. En 1983, José Elguero Bertolini fue nombrado Presidente del CSIC y llamó a Manolo Dabrio para formar parte de su equipo como uno de sus vicepresidentes. En esta etapa se inició una importante labor de modernización y rejuvenecimiento del Consejo, consiguiéndose una dotación importante de nuevas plazas de personal científico y de personal técnico. Manolo permaneció en este cargo hasta 1985.

Al cesar en la Vicepresidencia se reincorporó al IQOG, donde continuó con su investigación en columnas capilares para HPLC. Poco después fue nombrado Coordinador del Área de Química y Tecnologías Químicas del CSIC, labor que hizo compatible con su trabajo en el laboratorio y la dedicación de tiempo a su grupo de investigación. Desde el puesto de Coordinador de Área, estudió las necesidades de recursos humanos y materiales de los institutos de química del Consejo y planificó con la Presidencia del CSIC la mejor forma de subsanarlas. En 2001 fue nombrado Coordinador Institucional del CSIC en la Comunidad de Madrid. Este puesto tenía, y sigue teniendo, especial importancia en un organismo como el Consejo, que cuenta con centros de investigación propios en muchas de las Comunidades Autónomas. En 2006, Manolo se reincorporó al IQOG donde siguió impulsando el equipo de investigación que había creado.

Su jubilación, en 2008, significó para él más tiempo para disfrutar de la familia y para practicar su afición favorita: la pintura. Todos los años esperábamos con ilusión en el IQOG su tarjeta de felicitación navideña con un dibujo a carboncillo que él mismo había hecho.

JOSÉ CARLOS DIEZ-MASA
(Socio de la SECyTA)

AGRADECIMIENTOS

El autor quiere agradecer a Consuelo Ramos (Viuda de M. V. Dabrio), María Isabel Jiménez, Serafín Valverde y Jesús Sanz el haber compartido con él sus recuerdos profesionales sobre la figura de Manolo Dabrio.

CONGRESOS CELEBRADOS

9th EuChemS Chemistry Congress (ECC9)

The 9th EuChemS Chemistry Congress (ECC9; <https://euchems2024.org/>), held at The Convention Centre Dublin, Ireland, from July 7th to 11th, 2024, was organized by the Institute of Chemistry of Ireland. This event brought together leading researchers from around the world to discuss advancements and innovations in the field of chemistry. Key themes included advances in synthetic organic chemistry, catalysis, chemistry meets biology for health, education, history, cultural heritage, and ethics in chemistry, energy, environment, sustainability, nanochemistry/materials, physical, analytical, computational chemistry, and supramolecular chemistry. The congress received support from various sponsors, such as The American Chemical Society and Royal Society of Chemistry (Platinum Sponsors), and Amber (Bronze Sponsor).

Each conference day followed a consistent schedule. Initially, from 8:30 to 9:30, there was a plenary lecture followed by a coffee break. Subsequently, a session with an invited speaker was held, followed by oral and poster sessions. From 12:00 to 13:00, poster sessions were accompanied by networking and poster sessions until the coffee break at 15:30. The afternoon session (16:00-18:45) included invited speakers, plenary sessions, oral sessions, and a poster session.

The congress began on Sunday 7th July with an opening ceremony, followed by a plenary session by Professor A. P. de Silva on supramolecular chemistry and the presentation of the EuChemS Gold Medal Award Lecture to Avelino Corma. The day concluded with a welcome reception for networking. Monday started with a plenary lecture by Professor Omar M. Yaghi on how chemistry can address climate challenges, followed by thematic sessions. The day concluded with Professor Frances H. Arnold discussing 'Innovation by Evolution: Bringing New Chemistry to Life.' On subsequent days, plenary lectures were delivered by Professor Brigitte Van Tiggelen ('Telling the Stories of Discovery: The Not-so-Elementary Case of Chemical Elements'), Professor Sir David W. C. MacMillan ('The Development of Asymmetric Organocatalysis and Metallaphotoredox'), Professor Véronique Gouverneur ('Rethinking Fluorine Chemistry with Global Challenges in Mind'), Professor Dame Clare P. Grey ('Towards a Net Zero World: Developing and Applying New Tools to Understand How

Electrochemical Devices Function and Fail'), Professor Odile Eisenstein ('Nucleophilic Additions: From Simple (Felkin-Anh Rule) to More Complex (Grignard Reaction)'), and concluded with the presentation of the August Wilhelm von Hofmann Commemorative Medal to David Leigh ('Giving Chemistry Direction').

Additionally, the congress included the European Young Chemists' Network Early-Career Programme, aimed at supporting researchers at the outset of their careers, providing essential resources, guidance, and growth opportunities. The programme focused on four main themes: a) Career Development & New Skills, b) Societal Challenges, c) Scientific Publishing, Communication & Collaboration, and d) The EuChemS Young Chemists' Award finalist session. Furthermore, participants had the opportunity to engage in the Industry Day Programme (July 10), offering a unique platform to bridge academia and industry, fostering collaboration, networking, and innovation. This programme featured insights from industry leaders, panel discussions, networking opportunities, a career speed dating event, and exhibition booths.

During the closing ceremony, a summary of the congress's key milestones was presented, highlighting significant advancements discussed. Various awards were distributed, including the Young Chemists Awards, recognizing exceptional contributions from early-career researchers and PhD students, as well as the Best Poster Awards. This time was also used to announce that the next congress will take place in Antwerp, Belgium, from July 12-16, 2026.

In conclusion, ECC9 gathered hundreds of people in Dublin and underscored the forefront of chemical research, emphasizing chemistry's role in addressing global challenges across diverse topics.

Finally, I would like to express my appreciation to SECyTA for their financial support, as well as to the IMFAHE Foundation for funding the LIOABE research project.

ADRIÁN DE LA FUENTE BALLESTEROS

*Predoctoral Researcher
Department of Analytical Chemistry, TESEA
Research Group
University of Valladolid*

SETAC Europe 34th Annual Meeting

Science-Based Solutions in Times of Crisis: Integrating Science and Policy for Environmental Challenges

After 14 years, SETAC's scientific community returns to Seville, the capital of Andalusia, renowned for its traditions, architecture, and cultural heritage. In this edition, approximately 3,000 participants gathered, marking it as one of the most attended meetings in the history of SETAC Europe. The program featured nearly 500 platform presentations and over 2,300 posters. Various topics were discussed, with special emphasis on highlighting several science and policy issues, including waste and pollution prevention, among others.

The 33rd Annual Meeting was inaugurated on Sunday with several training courses. To kick off the meeting itself, the opening ceremony took place. Following an entertaining show, there was an introduction from the SETAC Seville Meeting Chairs, as well as recognition and celebration of the 2024 SETAC Europe Award winners. Directly thereafter, the first plenary session, entitled 'Water Scarcity and Extreme Climatic Events: Implications for Chemical Impact on Freshwater Ecosystems' was conducted by Sergi Sabater from the Catalan Institute for Water Research (ICRA). The plenary discussed how water scarcity and extreme climatic events can lead to significant chemical impacts on freshwater ecosystems. To conclude the day, a welcome reception cocktail event took place, providing an opportunity to engage with colleagues and enjoy the beautiful terrace of the congress palace.

On Monday, the 6th, several presentation sessions started at 9:30 a.m. and ran until 10:50 a.m. These sessions covered topics such as microplastics/nanoplastics, innovations in life cycle assessment, invertebrate species in ecotoxicology, and the fate and toxicity of metals, among others. At the same time, posters were exhibited throughout the day. Following the oral presentations, a coffee break was held, allowing attendees to enjoy a snack and a cup of coffee while browsing the posters in the exhibition area. Afterwards, the second presentation sessions discussed topics related to plastic pollution, modelling of pesticides, science for global management of chemicals... Lunch break took place at the exhibition hall, and some seminars were also held for those interested.

Following lunch, the afternoon unfolded with the final presentation session, focused discussions on topical issues, and the daily plenary, delivered by Marlene Ågerstrand from the Stockholm University, which discussed science-policy interactions in risk assessment and management of chemicals. At the same time some poster corners were held for those interested in the topic.

On Tuesday morning, I set up my poster entitled 'Seasonal and Population-Driven Microplastic Pollution Highlighted by Wastewater: Soil-Aquifer Treatment as a Potential Solution for Mitigation'. Throughout the day, during coffee breaks and the poster social, I engaged in fruitful discussions with attendees, addressing their questions and curiosities about my work. Ten new parallel sessions took place during the morning, with a particular focus on microfibers, toxicology, PFAS, and other relevant topics. Following the coffee break featuring the poster exhibition, new oral presentations were delivered on environmental fate, accompanied by stimulating discussions on bridging the gap between exposure, ecotoxicology, and ecology. This day is highlighted by the SETAC Science Slam competition, which replaces the traditional plenary session. This event features 5 creative researchers competing for the public's vote on the most entertaining and engaging scientific presentation. The day concluded with a Student Party at the Terraza Casino, where we could unwind and enjoy a relaxed atmosphere with refreshing drinks, ample space for dancing, and the opportunity to make the most of the evening.

On Wednesday, the day kicked off with the usual series of oral presentations following the setup of posters. Engaging discussions unfolded around topics such as plastic life cycles, the presence of legacy and emerging contaminants in wildlife, and advancements in regulatory science. Of particular interest were the discussions focused on the latest breakthroughs in high-resolution mass spectrometry-based non-target analysis for monitoring both human and environmental samples. During the coffee breaks, I had the opportunity to have a look at the diverse array of posters on display and engage in insightful conversations with their authors. Following lunch, a special session titled 'Empowering Sustainable Innovations: Leveraging Alternatives Assessment for Safe and Sustainable Design in Practice' took place. This session delved into

INFORMACIONES

how the integration of alternatives assessment can facilitate safe and sustainable design, featuring an overview and case studies from both industrial and policy perspectives. Subsequently, a plenary session was led by Maura Hiney from the University College Dublin, focusing on how policy initiatives can enhance research integrity and strengthen research culture. The day ended with the Congress Dinner held at the Muelle 21 restaurant, situated alongside the picturesque Guadalquivir River. Against the backdrop of a stunning view, attendees had the opportunity to socialize and enjoy a beautiful night in Seville.

The final day of SETAC, Thursday, May 9th, started by displaying my second poster of the conference titled 'Exploring the Absorption Dynamics of Benzophenone-3 and Octocrylene in Polyethylene and Polypropylene in Pure and Sea Water'. Following the setup of my poster, I attended the initial sessions of the day, which delved into tire-road wear particles, new approach methodologies, nano and advanced materials safety... Later, colleagues from IDAEA-CSIC presented their research during the session on Pharmaceuticals in the Environment – Risk Assessment, Regulation,

and New Insights Into the Science Globally. I also took part in some poster spotlights within this session. Throughout the morning, I had the opportunity to engage in discussions about my research with fellow attendees who visited my poster. After lunch, the Closing Ceremony unfolded in the Auditorium. SETAC members awarded the best poster and presentation while reflecting on the productive week filled with scientific advancements. Additionally, attendees received a glimpse of next year's meeting in Vienna, Austria.

Overall, the meeting was incredibly enriching, featuring innovative approaches to the most recent and interesting topics. I had the opportunity to learn and further improve my knowledge on hot topics, which I can now apply to my own research. This opportunity would not have been possible without the support of SECyTA, to which I extend my gratitude for the grant awarded to attend this meeting.

ALBERT CONTRERAS LLIN

*Water, Environmental and Food Chemistry
(ENFOCHEM)
IDAEA-CSIC*

European School of Metabolomics (EUSM2024)

The 2nd edition of the European School of Metabolomics (EUSM) was an international school dedicated mainly to young people working in the field of metabolomics. This school was hosted by the University of Granada from the 22th to the 26th of April in the magical and historic *Corrala de Santiago* in Granada. More than 50 attendees from 14 different countries had the opportunity to learn about metabolomics, share experiences, and engage in enriching discussions with colleagues and experts in the field. The organizing committee made a magnificent selection of 8 lectures and 4 workshops that covered from the basic foundations of the analytical techniques to good practices in the metabolomic workflow, as well as the latest advances in the annotation of compounds, molecular networking, and fluxomic. In addition, included activities and cultural visits encouraged networking and the exchange of ideas.

On the evening of the 22th April, the school was officially opened with a welcome speech and a short introduction to the school. After that, a catering ser-

vice was offered on a terrace overlooking the Alhambra, which provided a relaxed atmosphere for the participants' first contact.

On Tuesday 23, the session began with a workshop in which attendees introduced their research. For this purpose, we divided ourselves into small groups (5 people per group) and one of the participants exposed their research while the others gave comments and advice for 10 minutes. There were a total of 5 rounds, so each participant presented in one round and gave feedback in the other 4. After a break, Dr. Ahmed Ali (Universiteit Leiden, Netherlands) led a workshop titled "PhD life," which provided insightful perspectives on the psychology of PhD students, their relationships with their supervisors, and how cultural differences influence social interactions in academia. Afterwards, Professor Pascal de Tullio (Université de Liège, Belgium) gave an educational introduction to nuclear magnetic resonance (NMR) and its sometimes-undervalued relevance in the metabolomics field. In the same line, Professor Antonia

García Fernández (Universidad CEU San Pablo, Spain) gave an introductory talk about mass spectrometry hyphenated techniques, ionization sources, and hybrid mass analyzers. The last lecture of the day was given by Dr. Julia Kuligowski (Instituto de Investigación Sanitaria La Fe, Spain), titled “Common mistakes from data acquisition to statistical analysis.” A compelling session focused on good practices for ensuring quality assurance and control throughout the metabolomics workflow.

On Wednesday 24, Professor Marta Cascante (Universitat de Barcelona, Spain) opened the day with an inspiring and entertaining lecture about fluxomics based on the development of metabolic flux analysis using ^{13}C labeled substrates to estimate dynamic flux distributions. Next, Professor Justin van der Hooft (Wageningen University & Research, Netherlands) led an interactive and collaborative workshop on publishing in the metabolomics field and the potential issues and constraints. Later, Professor van der Hooft gave a talk titled “Tools for Data Processing and Computational Metabolomics” showing innovative free tools that help in dealing with complex data sets acquired with high-resolution mass spectrometers in untargeted metabolomics approaches, including support for structural and functional annotations. The day continued with a guided tour of the Alhambra and dinner during a flamenco show.

Thursday 25 started with a talk by Professor Vinny Davies (University of Glasgow, UK) titled “Applications of AI in the field of Metabolomics”. His expertise in statistics and artificial intelligence (AI) applied to data acquisition and compound annotation resulted in an interesting approach for untargeted metabolomics applications. Afterward, Professor Ahmed Ali gave a fascinating talk about his research on single-cell metabolomics. He outlined his struggles in developing analytical methods that allow for the extraction of small volumes, the preservation of cellular structure,

and the handling of imaging or live single-cell mass spectrometry data. After the lunch break, PhD Candidate Nils Alexander Haupf (Universität Jena, Germany) organized a workshop for compound annotation using SIRIUS, a free software for the analysis of LC-MS/MS data of small molecules of biological interest. The session was closed by Dr. Teo Hebra’s (Czech Academy of Sciences) with an interesting talk about molecular networking, showing numerous illustrative examples and extensive literature recommendations.

On the last day, the round table with sponsors took place. Participants had the opportunity to address their questions and concerns about instrumentation and software tools with representatives of the Agilent and Bruker brands. Afterward, a representative of the Metabolomics Society gave a brief introduction about the society and the Early Career Members Network. Finally, the school concluded with a brief round of thanks by the organizing committee.

In summary, this edition of the European School of Metabolomics presented a complete program with interesting and illustrative lectures, dynamic and interactive workshops, and full of cultural and fun activities to promote the interaction of the attendants. We are so grateful for the opportunity to attend this school and live this unforgettable and formative experience. It was a perfect occasion to have a holistic overview of the metabolomics workflow and make connections with other researchers in the field. We would like to encourage PhD students in the Metabolomics field to attend the next session in 2026.

DAVID IZQUIERDO SANDOVAL

MARÍA MATA PESQUERA

PHD Students

Environmental and Public Health Analytical Chemistry Research Institute for Pesticides and Water (IUPA)

Universitat Jaume I

72nd ASMS Conference on Mass Spectrometry and Allied Topics

The 72nd ASMS Conference on Mass Spectrometry and Allied Topics was held in Anaheim, California, USA, from June 2 to 6, 2024. This year, over 2,700 posters and 384 talks were presented, involving up to 3,600 authors participating in the conference.

Such a huge conference benefits from a planner in an App that each attendee can use easily on their phone. The App really helps the attendees to focus on their topics of interest and choose the oral communications and poster presentations that they would like to attend. It was possible to configure your own schedule based on your preferences. In the App, it was also possible to read the abstracts of each communication, request a poster reprint from the presenter authors, start a conversation, make notes, and locate all the exhibitors. In addition, Oral session recordings were available 1 day after the session.

On Sunday, 2nd June, before the conference started, user meetings from Agilent, Bruker, Thermo, and Waters were held in the surrounding hotels from the convention center. They started in the morning and provided information about the new products and the latest applications, including academic and corporate communications. These events also promote open discussions between users of the same instrumentation, which is really useful for getting more concrete feedback on your applications. After a hospitality event for lunch, two tutorial lectures were held in the main hall: "Comprehensive Nucleic Acids Analysis: Are We There Yet?" presented by Dan Fabris (University of Connecticut) and 'From Radical to Mainstream: Ion-Electron Reactions for Biomolecular Structural Analysis' by Kristina Håkansson (University of Michigan). Finally, the conference started at 6.45 p.m. in the Anaheim Convention Center. The Opening Plenary was entitled 'Unraveling the Ocean's Influence on Climate and Human Health' presented by Kimberly Prather from the Scripps Institution of Oceanography, University of California, San Diego. She talked about their studies to better understand the transfer mechanisms involved in the aerosolization of bacteria, viruses, and gases from the ocean to the atmosphere, and what could be the health impacts of inhaling this airborne mixture. Finally, the first day ended up with the Welcome Reception with Exhibitors and the Undergrad Poster Competition.

The next days followed the same timetable structure. The daily schedule started at 7 a.m. with the cor-

porate breakfast from the different supporting companies. Then, the first *parallel oral sessions* started at 8.30 a.m. until 10.30 a.m., including six oral talks per session. Up to eight sessions took place simultaneously.

During the next four hours, from 10.30 a.m. to 2.30 p.m., over 800 posters were presented in the exhibit hall. To improve the attendee's experience in choosing the posters of interest, all the posters were categorized into one of the 40 different *poster session* categories and were scheduled on each day. Poster sessions always included widespread topics, including among others: ambient mass spectrometry ionization, fundamentals and innovations on mass spectrometry and related techniques like gas and liquid chromatography, small molecule analysis for environmental, food and health applications, and -omics disciplines for large and small molecules (proteomics, lipidomics, metabolomics, or exposomics).

Simultaneously with the poster session, *networking sessions* were also held in the Poster exhibit hall, including 'Celebrating Women Mass Spectrometrists' on Monday, 'Hispanics and Latinx in MS' on Tuesday, and 'Career Opportunities for Chinese Students and Scholars' and 'South Asians in Mass Spec' on Wednesday.

After that, the *second oral session*, which had the same structure as the morning session and ended at 4.30 p.m., took place for two hours. Then, plenary lectures were held in the main hall from 4.45 to 5.30 p.m.

The *plenary lectures* were presided by Julia Laskin, the ASMS President. On Monday, the plenary session opened with the presentation of the AI Yergey MS Scientist Awards and the John B. Fenn Distinguished Contribution in Mass Spectrometry. This was followed by the Distinguished Contribution Award Lecture by Jennifer Brodbelt from the University of Texas (Austin), who was focused on the development and applications of ultraViolet photodissociation as a powerful ion fragmentation method for structural elucidation of biomolecules. On Tuesday, the Biemann Medal Recipient, Gary J. Patti, held the plenary session from Washington University (St. Louis). His presentation was focused on his pioneering work in the field of metabolomics, specifically, the development of innovative experimental strategies and computational algorithms that leverage stable isotope labels to understand the dynamic role of metabolism in biology. On

Wednesday, the plenary lecture was replaced by the ASMS meeting, which also included the presentation of the ASMS Postdoc Career Development Awards and the JASMS Ron Hites Award.

To conclude the day, from 5.45 to 7.00 p.m., 13 parallel workshops, held by different ASMS working groups (e.g., non-targeted analysis, ion mobility, gas chromatography, liquid chromatography-mass spectrometry data processing softwares, clinical analysis, or chemoproteomics), took place to discuss the topics from frequent users and interested researchers.

After the conference, in a hotel near the convention center, the Corporate Members offered 14 differ-

ent hospitality suites that provided the attendees with dinner and networking activities until 11 p.m.

Finally, on Thursday after the posters session, the closing plenary took place. Parag Mallick from Stanford University in California presented 'The Crazy Thing That Happens When Science & Magic Collide'. After that, the closing event dinner was held on the outdoors in front of the convention center.

DELIA CASTILLA FERNÁNDEZ

*The Global Exposomics & Biomonitoring
Laboratory*

*Department of Food Chemistry and Toxicology
University of Vienna*

Gordon Research Conference. Biogenic Hydrocarbons and the Atmosphere

The Gordon Research Conference (GRC) on Biogenic Hydrocarbons and the Atmosphere is held every two years at different locations around the world. This year the conference took place in Castelldefels, Barcelona, Spain from June 9 to 14, 2024 and marked the 11th conference on the topic. Just one day before the conference, the Gordon Research Seminar (GRS) was held. In this seminar, graduate students and early career researchers had the opportunity to present their latest findings and discuss new ideas from pre-published data with their peers. In my case, I had the opportunity to present some of the results of my Ph.D. thesis by giving an oral communication entitled "Multi-source analysis of VOCs in rural, sub-urban and industrial areas and their role in secondary pollutants formation". By presenting at this seminar, I was able to get feedback on my work as well as new questions and ideas that opened up a new landscape of research possibilities. The GRS was divided into three main sessions, the first one was titled *Bidirectional Fluxes of BVOCs in Changing Natural and Managed Ecosystems*, where I had the opportunity to present, and included discussions focused on how BVOCs are exchanged between natural and managed ecosystems and their role in the formation of secondary pollutants. The second session, *Emerging Pathways and Processes in a Changing World*, included new findings on BVOC emissions in marine and mountain ecosystems. Finally, the third session included presentations

on *Atmospheric Composition and Climate Impacts: What Role Do BVOCs Play?* At the end of the last session of the GRS, we conducted the voting for the election of the future chairs of the GRS scheduled for 2026.

The GRS was followed by the GRC. This event, attended by more than 100 people, brought together the global scientific community to discuss the latest research on the interactions and impacts of biogenic volatile organic compounds (BVOCs) in the atmosphere, particularly under the influence of climate change. Participants included experts in ecology, plant physiology, chemistry, physics and environmental science, as well as soil scientists and climatologists. The five-day conference featured a wide range of speakers and chairs from several institutions and organizations around the world, focusing on the latest advances in the field.

On Sunday afternoon, the GRC began with a keynote presentation discussing the essential role of biogenic hydrocarbons in organisms, chemistry, and climate. This was followed by insightful presentations by Sophie Szopa and Jörg-Peter Schnitzler. Szopa highlighted key elements from the IPCC assessments related to biogenic hydrocarbons, while Schnitzler explored the role of BVOCs in plant communication with their environment.

INFORMACIONES

The conference continued on Monday morning with a session led by Josep Peñuelas focused on the *Functions and Controls of Biogenic Emissions from Plants*. This session featured presentations from prominent researchers. Thomas Sharkey from Michigan State University discussed using isoprene emission measurements, isotope labeling, and biochemistry to study the regulation of the Methylerythritol 4-Phosphate Pathway. James Blande from the University of Eastern Finland talked about plant interactions emphasizing the interface of biological and atmospheric chemistry. Elena Ormeno Lafuente of CNRS-IMBE (France) presented her results on the study of soil and litter as sources and sinks of VOCs in Mediterranean forests.

In the afternoon, the session on biogenic emissions from non-foliar sources was chaired by Dorothea Tholl from Virginia Tech. Laura Meredith from the University of Arizona presented her research on BVOC exchange in the soil and rhizosphere, delving into the complexities underneath the ground. Royston Uning from the National Institute for Environmental Studies in Japan discussed the air-sea exchange of oxygenated VOCs and the role of bacteria-derived organic matter as a contributing source. This session highlighted the multiple sources and dynamics of BVOCs beyond plant foliage.

The Tuesday morning session, chaired by Roger Seco (Institute of Environmental Assessment and Water Research, Barcelona), was focused on emissions at local and global scales. Heidi Hellén, Dylan Millet, Eliane Gomes Alves, and Jürgen Kesselmeier presented the latest measurement results of BVOCs from different global environments. These talks also highlighted different measurement techniques, ranging from gas chromatography coupled to mass spectrometry to satellite-based measurements in the thermal infrared. This session highlighted the importance of understanding BVOC emissions at multiple scales to better understand their global impact.

The afternoon included a poster session and early career talks, where graduate students and young post-docs presented their latest findings. This session provided a space for early career scientists to share their research and interact with the experts in the field.

Wednesday's morning session, led by Armin Hansel from the University of Innsbruck, was focused on mechanisms and modelling of atmospheric BVOC chemistry. Presentations by Paul Palmer, Marianne Glasius, and Kelley Barsanti delved into the complex processes governing the chemistry of these compounds in the atmosphere. These talks emphasized the importance of an accurate modelling to predict the behaviour and impact of these compounds in the atmosphere.

In the afternoon, Annmarie Carlton chaired a session on the role of BVOCs on atmospheric particle dynamics. Joachim Curtius discussed the relationship between them and new particle formation, while Xinning Wang focused on their effects on secondary organic aerosols.

Kerneels Jaars from the North-West University in South Africa led the Thursday morning's session, focused on exploring BVOCs in the Anthropocene and examining human-biosphere-atmosphere interactions. Manish Kumar Shrivastava presented new insights into the chemistry of secondary organic aerosols. Erin Katz, Matthew Coggon, and Thomas Karl shared their findings on the contribution of anthropogenic sources to urban monoterpenes and sesquiterpenes emissions.

The final session of the conference was chaired by Allison Steiner of the University of Michigan (United States) and included presentations by Kathryn Emmerston and Catherine Scott. Their presentations emphasized the future impact of land use change on BVOC emissions.

Overall, this conference pushed the boundaries of knowledge by presenting innovative and unpublished research from a holistic perspective, and the discussions following each presentation encouraged informal interactions among scientists at different stages of their careers, fostering a sense of community and building collaborations and friendships around the globe.

ISABEL DíEZ PALET

Institute of Environmental Assessment and Water Research (IDAEA-CSIC)

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **28th International Symposium on Separation Sciences (ISSS 2024)**
22-25 de septiembre de 2024. Mesina (Italia)
Chairs: **L. Mondello y D. Corradini**
<https://www.sepscisoc.com/iss-2024>
2. **Dioxin 2024: 44th International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants (POPs)**
29 de septiembre-4 de octubre de 2024. Singapur
Chairs: **J. He, S. Wang y K.-L. Yang**
<https://www.dioxin2024.org/>
3. **ISC 2024: 34th International Symposium on Chromatography**
6-10 de octubre de 2024. Liverpool (Reino Unido)
Chair: **T. Edge**
<https://isc2024.org/>
4. **20th International Workshop on Emerging HRMS, as well as on LC-MS/MS Applications in Environmental Analysis and Food Safety**
7-8 de octubre de 2024. Barcelona (España)
Chair: **D. Barceló**
<https://lcmsms.activacongresos.com/>
5. **28th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences-Micro-Total Analysis Systems (μ TAS 2024)**
13-17 de octubre. Montreal (Canadá)
Chairs: **D. Juncker y A. Wheeler**
<https://microtas2024.org/>
6. **3.^{as} Jornadas sobre Contaminación por Plásticos (PLASTIC'2024)**
15-16 de octubre de 2024. Barcelona (España)
Chair: **E. Eljarrat**
<https://www.idaea.csic.es/event/plastic2024-3as-jornadas-sobre-contaminacion-por-plasticos/>
7. **XXIII Reunión Científica de la SECyTA (52.^a Reunión Científica del GCTA)**
23-25 de octubre de 2024. Pamplona (Navarra)
Chairs: **Elena González-Peñas y Elena Lizárraga**
<http://secyta2024.activacongresos.com/>
8. **RAFA 2024: 11th International Symposium on Recent Advances in Food Analysis**
5-8 denoviembre de 2024. Praga (Chequia)
Chairs: **J. Pulkrabova, S. van Leeuwen y M. Suman**
<https://rafa2024.eu/>
9. **54th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2025)**
15-19 de junio de 2025. Brujas (Bélgica)
Chairs: **G. Desmet, K. Broeckhoven, D. Cabooter, S. Eeltink, F. Lynen y P. Sandra** (Honorary Chair)
<https://hplc2025-bruges.org/>
10. **31st International Symposium on Electro- and Liquid-Phase Separation Techniques (ITP 2025)**
23-27 de agosto de 2025. Ankara (Turquía)
Chairs: **S. A. Ozkan y A. Golcu**
<https://www.itp2025.org/itp2025/>



EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S. L.
Parque Empresarial Alvia
José Echegaray, 8. Edif. 3, Planta 1.^a
28232 LAS ROZAS (Madrid)
- BRUKER ESPAÑOLA, S. A.
Avda. Marie Curie, 5
Edificio Alfa – Pta. Baja
(Parque Empresarial Rivas Futura)
28529 RIVAS-VACIAMADRID
(Madrid)
- PERKIN ELMER ESPAÑA, S. L.
Avda. de los Encuartes, 19
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- SCIEX SPAIN, S. L.
Valgrande, 8
Edificio Thanworth II, Nave B1A
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- TEKNOKROMA ANALÍTICA, S. A.
Camí de Can Calders, 14
08173 SANT CUGAT DEL VALLÈS (Barcelona)
- WATERS CROMATOGRAFÍA, S. A.
Ronda Can Fatjó, 7-A
Parc Tecnologic del Vallès
08290 CERDANYOLA DEL VALLÈS (Barcelona)

ASOCIADAS

- INGENIERÍA ANALÍTICA, S. L.
Avda. Cerdanyola, 73
08172 SANT CUGAT DEL VALLÈS (Barcelona)
- IZASA SCIENTIFIC, S. L. U.
Plaza de Europa, 21-23
08908 L'HOSPITALET DE LLOBREGAT (Barcelona)
- LECO INSTRUMENTOS, S. L.
Avda. de la Industria, 43
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- SCHARLAB, S. L.
Gato Pérez, 33
Polígono Industrial Mas D'en Cisa
08181 SENTMENAT (Barcelona)
- SYMTA, S. L. L.
San Máximo, 31
28041 MADRID
- SUGELABOR
Sicilia, 36
28038 MADRID



NOTAS TÉCNICAS



ENVIRONMENTAL SCREENING VIA TIMST-OF MS: A NEW DIMENSION FOR DISCRIMINATION AND IMPROVED SENSITIVITY IN THE DETECTION OF PFOS POLLUTANTS

Silke Bodendiek, Karin Wendt, Andrea Kiehne;
Bruker Daltonik GmbH, Bremen, Germany

Environmental water screenings are regularly challenged by the number and diversity of chemical and biological targets in a given sample. In addition to appropriate means for collection and concentration to obtain a reliable representation of the monitored source, robust and reproducible means of analytical separation are necessary to detect compounds of in-

terest. Samples may contain potentially hundreds of targets, and traditional chromatographic separation can be insufficient to discriminate between closely related compounds or meet established detection limits.

Among the thousands of known environmental pollutants, PFOS (perfluorooctanesulfonic acid) compounds are considered priority hazardous substances within the PFAS (per-polyfluoroalkyl substances) pollutant family due to their significant and long-lasting adverse effects on human and animal health [1, 2]. Contaminated water is most frequently the source of exposure, and as such water sources are subject to increasingly close monitoring and developing regulations within the EU and the US [3-5].

Differentiation between various PFOS compounds, including isomers (e.g., Figure 1), is often necessary to determine the pollutant source or meet specific detection limits based on their varying toxicities. Although their separation is incomplete via LC alone (Figure 2, inset), the combination of the Bruker TargetScreener LC method with trapped ion mobility spectrometry via the Bruker timsTOF Pro system enables rapid discrimination of these PFOS isomers, with significantly improved target detection sensitivity.

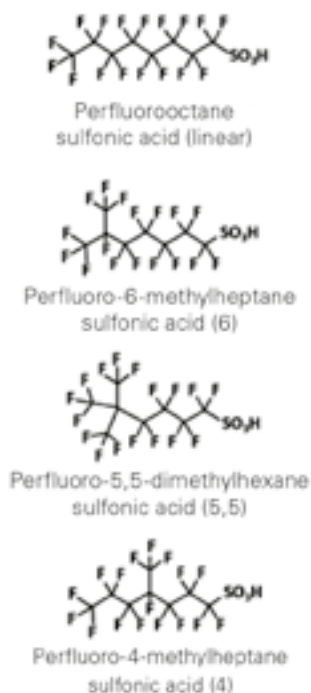


Figure 1. Studied PFOS isomers. Bioaccumulation patterns and health effects in exposed organisms have been shown to vary with isomer form.

The extra dimension of trapped ion mobility separation

Co-elution of target compounds – whether due to similar chemical nature or identical mass – can lead to missed detections or inaccurate peak assignments. Bruker's timsTOF Pro combines high ion mobility resolution with ultra-high resolution QTOF technology to enable clear and confident differentiation of low levels of these monitored pollutants.

Separating via ion mobility based on the three-dimensional structure of each compound, the resulting collisional cross sections (CCS) add a unique and critical differentiation factor for target screening (Figure 3, top).

The CCS values measured for each PFOS isomer using the timsTOF Pro show excellent reproducibility and high accuracy to the literature values [6] (Figure 3, bottom).

Discrimination with high mass accuracy and isotopic fidelity

Using trapped ion mobility in combination with the Bruker TargetScreener LC method, the targeted PFOS

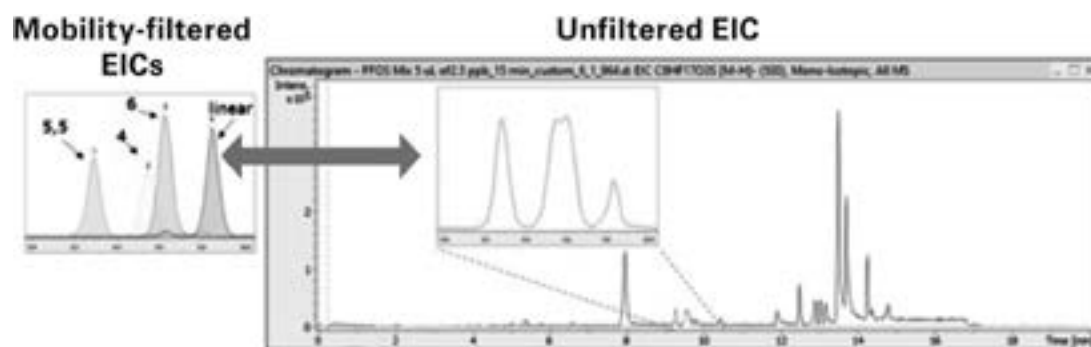


Figure 2. Extracted Ion Chromatogram (m/z 498.9302 \pm 0.005 Da) for a 5 μ L injection of a sample containing a 2.5 ng/mL (2.5 ppb) mix of four isomeric PFOS compounds. All analyses were made in negative ion mode. Using the BrukerTargetScreener LC method, the targeted compounds elute between 9 and 10 minutes, with coelution of perfluoro-4-methylheptane sulfonic acid (4) and perfluoro-6-methylheptane sulfonic acid (6). Left: Overlaid extracted ion chromatograms for the same elution range, using unique and specific ion mobility filtering to separate each PFOS isomer.

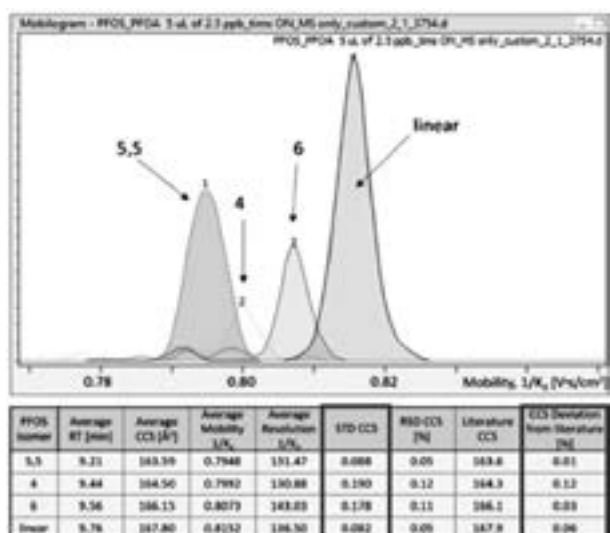


Figure 3. Extracted Ion Mobilograms and CCS characteristics for the studied mix of PFOS isomers. Perfluoro-5,5-dimethylhexane sulfonic acid (5,5) and perfluoro-4-methylhexane sulfonic acid (4) have similar CCS values but are well separated using the TargetScreener LC method applied (see Figure 2). Tabulated CCS values shown are averages from ten injections (5 μ L, 2.5 ppb standard mix).

isomers are definitively separated from other sample components, with mass accuracies between 0.1 – 2 ppm (0.1-1 mDa). Likewise, their isotopic pattern fit is excellent, as indicated by very low m Sigma* values (Figures 4 and 5).

In targeted detection workflows, these analytical features support high confidence compound identification. In discovery workflows, this combination of mass

accuracy and high resolution isotopic pattern assessment enables the determination of the elemental composition of unknown or unanticipated sample components.

Increased sensitivity in MS mode with trapped ion mobility separation

A serial dilution of the linear PFOS was analyzed in MS mode, without (Figure 6, top) or with (Figure 6, bottom) the inclusion of trapped ion mobility separation. The target detection limit and S/N values were significantly improved with TIMS.



Figure 4. Mobility filtered mass spectra of each PFOS isomer within the studied sample. A 1:1 mixture of 10 mM sodium clusters and an Agilent tune mix solution was used for (external) mass and mobility calibration.



Figure 5. Mobility filtered mass spectra (target m/z range) for the perfluoro-4-methylheptane sulfonic acid (4), compared to theoretical (calculated) molecular weight and isotopic distribution of $C_8HF_{17}O_3S$. The mSigma value of 5.2 indicates a near-perfect fit. In this experiment, all mSigma values were <12 .

* mSigma values range from 0 - 1000 and quantitate the goodness of fit between measured and theoretical isotopic patterns. Lower mSigma values indicate a better fit.

Filtering by ion mobility in bbCID mode increases detection confidence and identification ease

Standard screening timsTOF Pro workflows use alternating MS and bbCID data collection, adding another layer of identification confidence in targeted pollutant monitoring. Along with the enhanced dis-

crimatory capacities for the detection of multiple compounds, even within complex samples, visualization of lower molecular weight diagnostic fragments is enhanced by data filtering using the unique ion mobility for a given target (Figure 7, lower spectra). The benefits of the unbiased collection of “all of the data, all of the time” established in Bruker’s TargetScreener

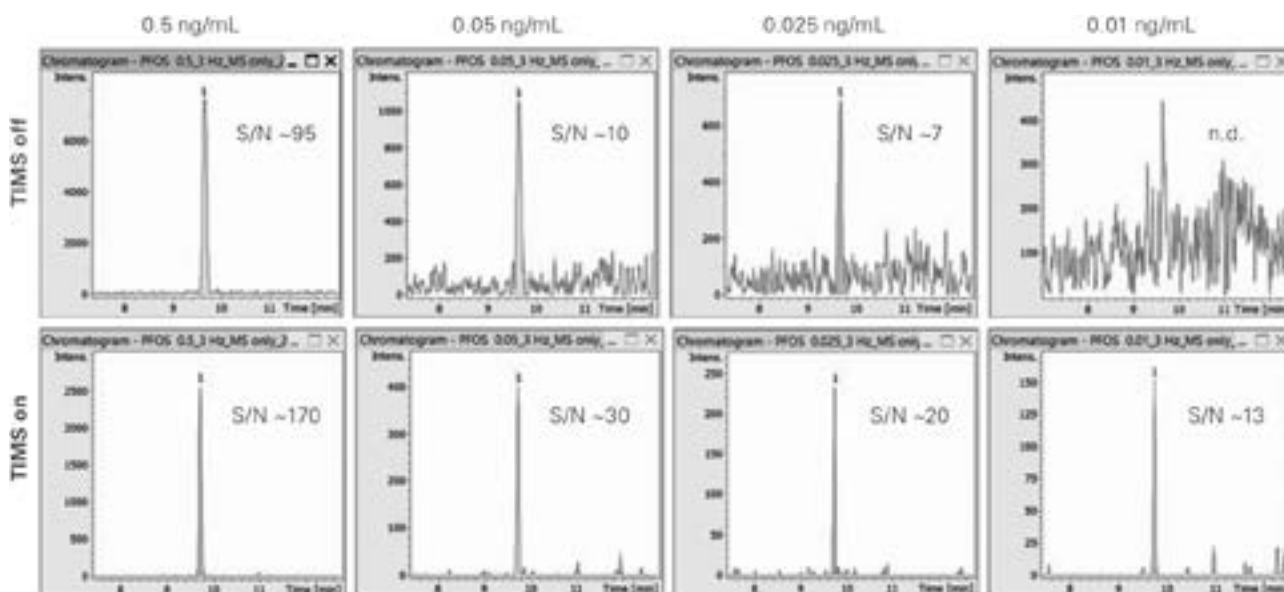


Figure 6. Extracted ion chromatograms (m/z 498.9302 ± 0.005 Da) for a serial dilution of (linear) perfluorooctane sulfonic acid without ion mobility filtration (TIMS off, upper spectra) and with ion mobility filtration (TIMS on, lower spectra). 5 μ L injection of a 2.5 ng/mL standard. Trace width 0.01 Da, Gaussian smoothing (1 point, 3 cycles). As different digitizers are used in these two modes, relative peak intensity values can only be compared within a single mode.

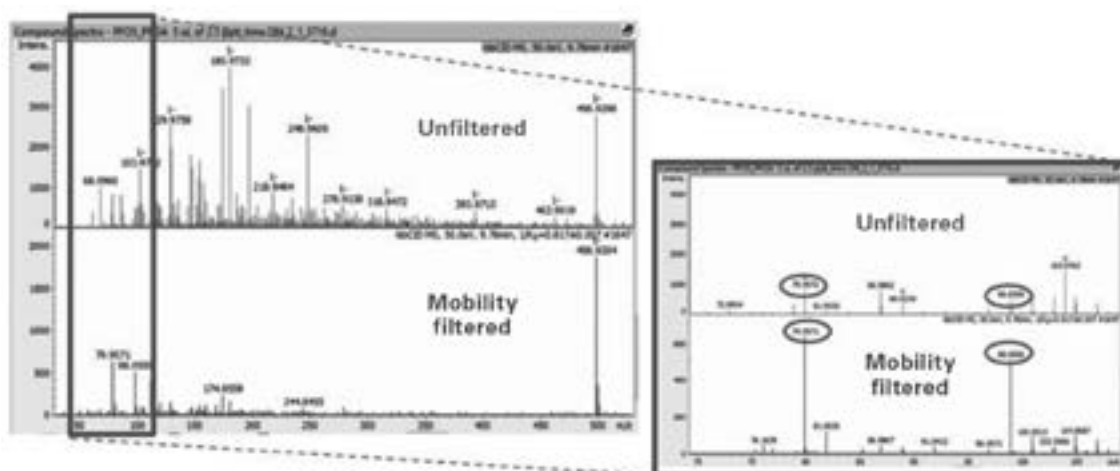


Figure 7. Linear perfluorooctane sulfonic acid analyzed in bbCID mode. Applying ion mobility filtering to the collected spectra (lower spectra set), diagnostic target fragments are easily visualized. 5 μ L injection of 2.5 ng/mL sample.

workflows are expanded with the separatory dimension of TIMS, adding detection depth, clarity, and sensitivity for new target discovery and retrospective analyses.

Think in a new dimension for superior pollutant detection with the timsTOF Pro system

- Enables unmatched separatory power for compound discrimination via the combination of trapped ion mobility separation with high resolution QTOF technology.
- Increases identification confidence and ease through the addition of compound-specific CCS values and improved detection of diagnostic fragment ions.
- Expands detection scope in complex samples, facilitating both targeted and discovery workflows.
- Supports environmental monitoring requirements today and offers unique capabilities to adapt to changing regulations and emerging threats tomorrow.

References

- [1] United States Environmental Protection Agency (May 2016). Health Effects Support Document for Perfluorooctane Sulfonate (PFOS), (EPA 822-R-16-002).
- [2] Lau C. (2015). Perfluorinated Compounds: An Overview. In *Toxicological Effects of Perfluoroalkyl and Polyfluoroalkyl Substances*. Molecular and Integrative Toxicology;

DeWitt J., (Ed); Humana Press, Cham, 2015; pp.1-21. https://doi.org/10.1007/978-3-319-15518-0_1

- [3] European Union (2019). Regulation (EU) 2019/1021 of the European Parliament and of the Council of 20 June 2019 on persistent organic pollutants (Text with EEA relevance.) (OJ L).
- [4] European Commission (2017). Proposal for a DIRECTIVE OF THE EUROPEAN PARLIAMENT AND OF THE COUNCIL on the quality of water intended for human consumption (recast), COD No 0332.
- [5] United States Environmental Protection Agency (February 2019). EPA's Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) Action Plan (EPA 823R18004). <https://www.epa.gov/pfas>
- [6] Dodds J. N. et al. (2020). Rapid Characterization of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) by Ion Mobility Spectrometry-Mass Spectrometry (IMS-MS), *Anal Chem* 92:4427-4435. doi: 10.1021/acs.analchem.9b05364

Bruker Daltonik GmbH

Bremen · Germany
Phone +49 (0)421-2205-0
Bruker Española, S
Madrid (Spain) Phone +34 91 499 40 80
timsTOF Pro
Target- Screener

You are looking for further Information? Check out the Link or scan the QR Codes.

www.bruker.com/timstofpro

bdal.es@bruker.com – www.bruker.com

For Research Use Only. Not for Use in Clinical Diagnostic Procedures.

izasa
scientific
a werfen company

SHIMADZU
Excellence in Science

SIMPLE ANALYSIS OF IMPURITIES IN OLIGONUCLEOTIDE THERAPEUTICS USING A SINGLE QUADRUPOLE MASS SPECTROMETER

Takanari Hattori, Noriko Kato, and Junna Nakazono

User Benefits

- Oligonucleotides and related impurities can be easily analyzed using a Nexera XS inert UHPLC system and a LCMS-2050 single quadrupole mass spectrometer.
- The molecular weight of impurities can be estimated with high precision by deconvoluting the resulting mass spectra.

Introduction

Oligonucleotide therapeutics have attracted attention in recent years as a new modality for drug discovery, because they can be used to create disease-specific therapeutic agents and can be designed easily by chemical synthesis. Typically, they are composed of oligonucleotides with about a dozen to several dozen bases (including modified bases). However, the development of analytical methods for quality assurance and standardization is still in progress. Quality control requires analyzing impurities, such as by-products, unreacted residues, and degradation products, in addition to the principal components. HPLC-UV is commonly used for purity confirmation, but if impurities are detected, they must be checked to confirm whether they are known impurities or not. Mass spectrometry, which provides molecular weight information, is a valuable analytical tool in such cases. This article describes an analysis of oligonucleotides and related impurities using an inert UHPLC system and a single quadrupole mass spectrometer.

A 20-mer oligonucleotide and three related impurities were synthesized as a model sample of antisense oligonucleotide. The sequences of each oligonucleotide are shown in Table 1. The full-length product (FLP) and three related impurities were mixed and analyzed. The impurities included an n-1(3') deletion missing 1 nucleotide from the 3' end, an n-3(3') deletion missing 3 nucleotides from the 3' end, and an n-10(5') deletion missing 10 nucleotides from the 5' end.

Table 1. Sample Information.

Name	Sequence (5' → 3')	Length
FLP	T*-mC*-T*-T*-G*-dG-dT-dT-dA-dC-dA-dT-dG-dA-dA-A*-T*-mC*-mC*-mC*	20 mer
n-1 (3')	T*-mC*-T*-T*-G*-dG-dT-dT-dA-dC-dA-dT-dG-dA-dA-A*-T*-mC*-mC*	19 mer
n-3 (3')	T*-mC*-T*-T*-G*-dG-dT-dT-dA-dC-dA-dT-dG-dA-dA-A*-T*	17 mer
n-10 (5')	dA-dT-dG-dA-dA-A*-T*-mC*-mC*-mC*	10 mer

Note: * = 2'-O-methoxyethyl, m = 5-methyl, and d = 2'-deoxy.

Instruments and Analysis Conditions

A Nexera XS inert UHPLC system with a Shim-pack Scepter™ Claris C18-300 inert column was used to reduce sample adsorption. High-pressure gradient analysis was performed using mobile phases consisting of ultrapure water containing HFIP and triethylamine and methanol. For mass spectrometry, a compact, easy to use, and high-performance LCMS-2050 single quadrupole mass spectrometer was used. The LCMS-2050 is equipped with a heated DUIS™ ion



Figure 1. Nexera™ XS inert and LCMS-2050 Systems.

source for ionization, which combines the advantages of both ESI and APCI. It covers a mass range of m/z 2 to 2,000, making it suitable for analyzing oli-

gonucleotide therapeutics with a large molecular weight (MW). The analysis conditions are shown in Table 2.

Table 2. Analysis Conditions.

HPLC conditions (Nexera XS inert)	
Column:	Shim-pack Scepter Claris C18-300*1 (100 mm × 2.1 mm I.D., 1.9 μm)
Flow Rate:	0.3 mL/min
Mobile Phases:	A) 100 mmol/L HFIP and 10 mmol/L TEA in water
Mobile Phase:	B) Methanol
Time Program:	10 % B (0 min) → 35 % B (15 min) → 40 % B (20 min) → 90 % B (20.1 to 22 min) → 10 % B (22.1 to 26 min)
Column Temp.:	60 °C
UV Detection:	190 to 400 nm
Injection Volume:	6 μL
MS Conditions (LCMS-2050)	
Ionization:	ESI/APCI (DUIS), negative mode
Interface Voltage:	-3.0 kV
Mode:	Scan (m/z 550-2000)
Nebulizing Gas Flow:	3.0 L/min
Drying Gas Flow:	5.0 L/min
Heating Gas Flow:	7.0 L/min
Desolvation Temp.:	450 °C
DL Temp.:	200 °C

* 1 P/N: 227-31209-02.

Results

Figure 2 shows the UV (260 nm) and TIC chromatograms of the model oligonucleotides. Peaks were confirmed in the order of n-10 (5'), n-3 (3'), n-1 (3'), and FLP. The mass spectra of impurities and FLP are shown in Fig. 3. Multiply-charged ions (3 to 11 charges) were detected. The mass spectra of each peak were deconvoluted to estimate the molecular weights (Fig. 4). That resulted in estimated molecular weights of 3552 for n-10 (5') (theoretical MW: 3553), 5986 for n-3 (3') (theoretical MW: 5987), 6776 for n-1 (3') (theoretical MW: 6776), and 7169 for the FLP (theoretical MW: 7169). These results showed small mass errors from the theoretical values, indicating high accuracy of the LCMS-2050 system.

Conclusions

By using the Nexera XS inert UHPLC system and the LCMS-2050 single quadrupole mass spectrometer, the principal component and related impurities of the

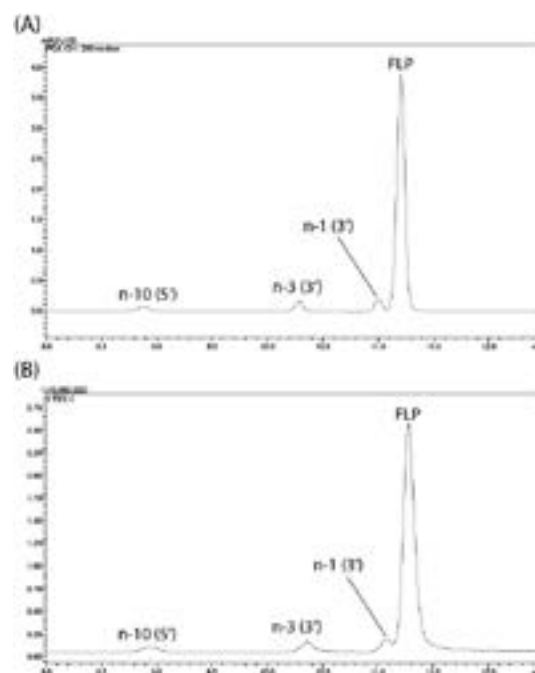


Figure 2. Chromatograms of Model Oligonucleotide (A) UV Chromatogram, (B) TIC Chromatogram.

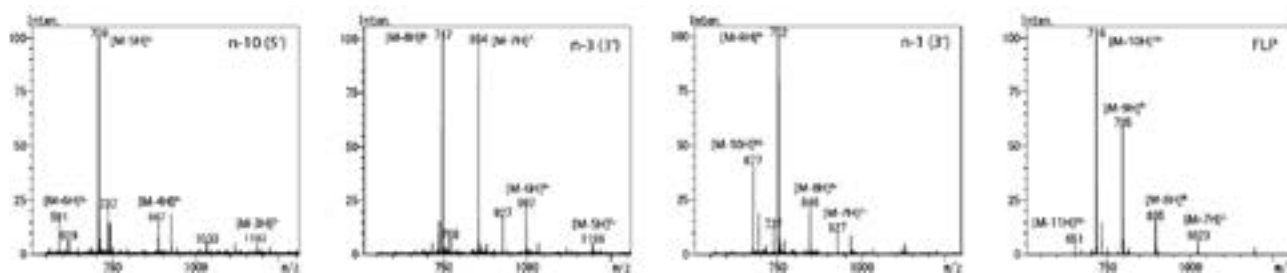


Figure 3. Mass Spectra of Impurities and FLP.

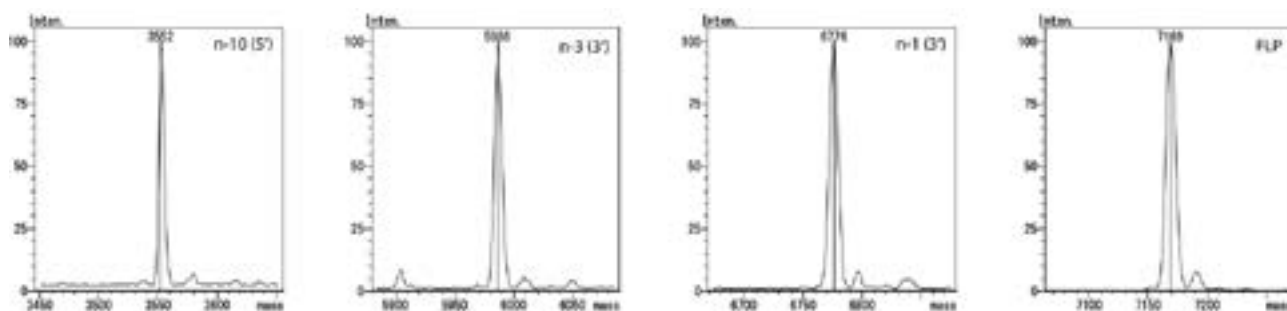


Figure 4. Deconvolved Mass Spectra.

model oligonucleotide were successfully analyzed. The deconvolution of the mass spectra of each peak allowed for accurate estimation of their molecular weights, showing small mass errors from the theoretical values. The LCMS-2050 enables fast and highly sensitive analysis across a wide mass range, while maintaining a user-friendly operability similar to LC systems. The system provides a useful analytical tool for quality control of oligonucleotide therapeutics that is accessible to users with or without prior experience in mass spectrometry. For comprehensive impurity identification and sequence analysis of oligonucleotides, analysis using a quadrupole time-of-flight (Q-TOF) LC-MS system, as

introduced in Application News No. 01-00595A-EN, is recommended. With dedicated analysis software, it allows for comprehensive impurity detection and precise sequencing based on accurate mass measurements.

Related Applications

1. Efficient Method Development of Oligonucleotides by Reversed-Phase Ion-Pair Chromatography, Application News No.01-00558-EN
2. An Oligonucleotide Impurity Analysis Workflow Using LabSolutions Insight™Biologics Software, Application News No.01-00595A-EN

Nexera, Shim-pack Scepter and DUIS are trademarks of Shimadzu Corporation or its affiliated companies in Japan and/or other countries.

01-00656-EN

First Edition: Nov. 2023



For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures.

This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu.

See <http://www.shimadzu.com/about/trademarks/index.html> for details.

Third party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®".

Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.



INSTRUMENT: PEGASUS® BTX

EXPAND YOUR PFAS ANALYSIS— SCREEN FOR TARGETS AND IDENTIFY UNKNOWN SIMULTANEOUSLY

Key Words: PFAS, GC-MS, HR-MS, TOFMS, Environmental Analysis, Pollutants, Emerging Substances, Non-target, NTS, Screening.

Background and Description

Research into the prevalence of per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) —also known as “forever chemicals” due to their high stability in our environment and food chain— continues to grow. At the same time, regulatory control of these species in our water and food supplies continues to gain momentum. However, analysis of PFAS in complex environmental samples can be challenging due to the enormous number and variety of PFAS chemicals. New analytical methods must be developed to monitor PFAS in the environment.

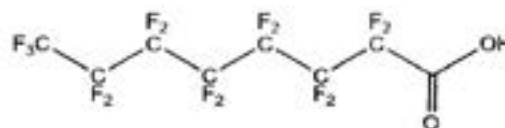


Figure 1. PFAS Sources.

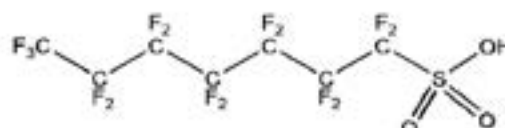
This application note focuses on the rapidly expanding area of PFAS analysis and highlights how screening for known PFAS targets, as well as discovering and identifying unknown PFAS chemicals, can be performed using high-performance Gas Chromatography with Time-of-Flight Mass Spectrometry (GC-TOFMS). New libraries are being developed to facilitate the screening of these pollutants in samples.

Sources and Types of PFAS

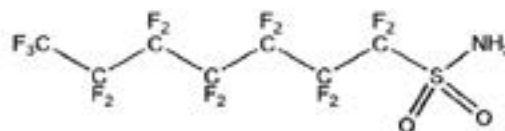
A huge array of products, that we use and are exposed to daily, contain PFAS (Figure 1). There are thousands of different PFAS molecules used in the industries producing these materials. PFAS have been categorized into different groups depending on their functionality. For example, PFAS that are currently screened by LC-MS and GC-MS methods include perfluoroalkylcarboxylic acids (PFCA), perfluoroalkanesulfonates (PFSA), perfluoroalkanesulfonamides (FASA), and fluorotelomer alcohols (X:2FTOH). The perfluorinated sections (alkyl backbone), vary in length and may be branched. Several representative, commercially available PFAS are provided (Figure 2): 1) Perfluoro-



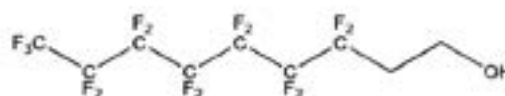
Perfluorooctanoic acid (PFOA)



Perfluorooctanesulfonic acid (PFOS)



Perfluorooctanesulfonamide acid (PFOSA)



Octylfluorotelomer ethanol (8:2 FTOH)

Figure 2. Examples of some common PFAS types (some available as analytical standards).

rooctanoic acid (PFOA), 2) Perfluorooctanesulfonic acid (PFOS), 3) Perfluorooctanesulfonamide (PFOSA), and 4) 2-perfluorooctyl ethanol (8:2FTOH).

PFAS Screening Using GC-TOFMS

With huge numbers of PFAS varieties in existence, the use of powerful screening technologies is vital. For volatile and semi-volatile PFAS analysis, GC-TOFMS is ideal, due to the ability to collect sensitive, full mass range data at high acquisition rates. This allows a variety of

real-world sample matrices to be analyzed, such as a set of commercially available 'Anti-Fog and Demisting,' products. These products contain a variety of PFAS as indicated by Stapleton and coworkers.¹ Simultaneous target and non-target screening (NTS) of these products was performed using a **LECO Pegasus® BTX GC-TOFMS** system. For example, analysis of an anti-fog spray product (Figure 3), revealed some known target PFAS compounds, but also an array of unknowns as well. Electron ionization-Mass spectrometry (EI-MS) spectral fragmentation indicated that they could be assigned as PFAS candidates.

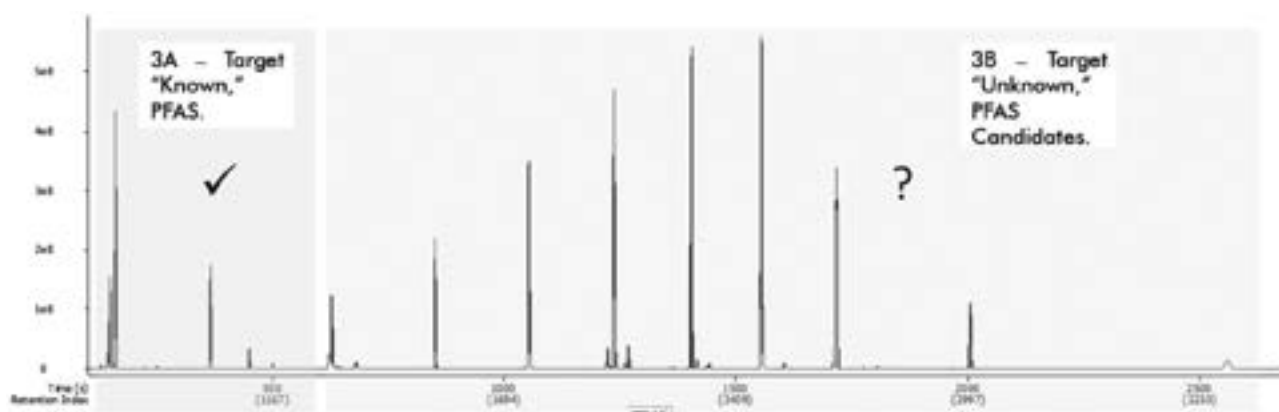


Figure 3. Simultaneous target and non-target screening of a commercially available “anti-fog” spray. Sections of “known” PFAS targets (3A highlighted in green) and “unknown” PFAS candidates (3B highlighted in grey) are displayed.

The presence of five PFAS target compounds (Figure 3A) was confirmed using analytical standards and similarity matching to NIST 2023 mass spectral

and retention index (RI) library entries. These five species are highlighted in the zoomed-in section of the chromatogram and table below (Figure 4).

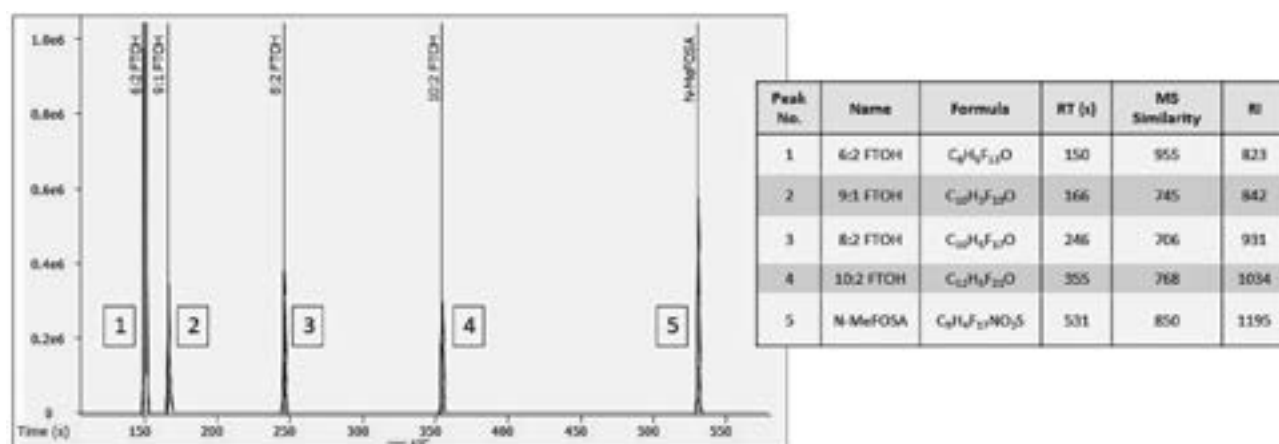


Figure 4. A zoomed-in section of the chromatogram is highlighted in Figure 3A, showing five target PFAS species that were identified using standards and library data. Nomenclature used corresponds to the alkyl chain of the perfluorinated and functional group sections of the compounds. For example, 6:2 FTOH represents a perfluorinated 6-carbon backbone tail with an ethanol head.

NOTAS TÉCNICAS

In addition to the target PFAS molecules found, the non-target data collected also revealed several other components (Figure 3B), which were judged to be possible PFAS candidates. The nine most prominent peaks showed similar mass spectral fragmentation, indicating the presence of fluoroalkyl and ethoxy groups. However, elution times were spread out rather evenly as the GC temperature gradient increased,

suggesting a homologous series of PFAS. To investigate the identification of these species, further analysis was performed using a **LECO Pegasus HRT+** high resolution, accurate mass GC-TOFMS system, equipped with a **Multi-Mode Ion Source® (MMS®)**. This ion source allows electron ionization (EI), as well as positive and negative chemical ionization (PCI and NCI), to be performed.

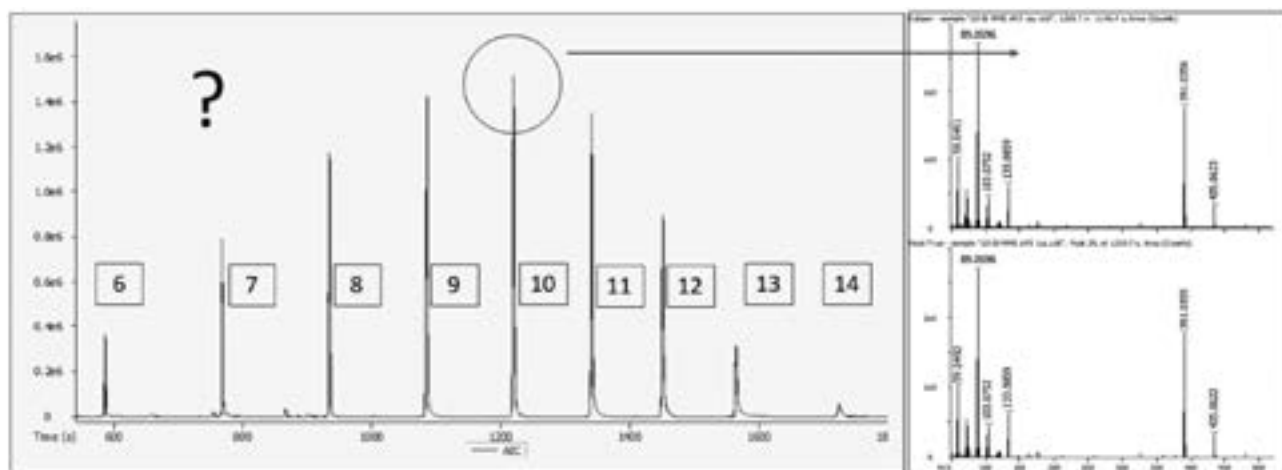


Figure 5. 5A) The chromatogram section featuring unknown PFAS candidates, peaks 6-14. 5B) The EI mass spectra for peak 10.

The most prominent unknown peaks (6-14, Figure 5A) all showed very similar EI mass spectral accurate mass fragments (Figure 5B, representative MS spectrum for unknown 10), which was useful in confirming the possibility that they were PFAS candidates. To obtain further structural information and to identify the species with higher confidence, positive chemical ionization data was collected, facilitating the generation of intense protonated molecular adducts.

The generation of accurate mass molecular ion data provided formulas for $[MH]^+$, $[M+CH]^+$, and $[M+CH]^+$ adducts with mass accuracies of less than ± 1 ppm, and allowed strong tentative identification of the unknown compounds to be a group of fluorotelomer ethoxylates (FTEOs), as shown for peak 10 (Figure 6), via a search of the EPA CompTox Chemicals Database.² The list of similarly strong tentative identification formulas for this PFAS class—reached using the same process for peaks 6-14—is provided below (Table 1).

Table 1. Unknown peaks 6-14, tentatively identified as a class of fluorotelomer ethoxylates (FTEOs), PFAS compounds.

Peak	Name	Formula	Molecular Mass
6	2-(2-(2-(Perfluorohexyl)ethoxy)ethoxy)ethanol	C ₁₂ H ₁₃ F ₁₃ O ₃	452.0657101
7	2-[2-(2-(2-(Perfluorohexyl)ethoxy)ethoxy)ethoxy)ethoxy]ethanol	C ₁₄ H ₁₇ F ₁₃ O ₄	496.0919251
8	2-[2-(2-[2-(2-(Perfluorohexyl)ethoxy)ethoxy]ethoxy)ethoxy)ethoxy]ethanol	C ₁₆ H ₂₁ F ₁₃ O ₅	540.1181399
9	2-[2-(2-(2-[2-(2-(Perfluorohexyl)ethoxy)ethoxy]ethoxy)ethoxy)ethoxy)ethoxy]ethanol	C ₁₈ H ₂₅ F ₁₃ O ₆	584.1443546
10	2-[2-(2-(2-[2-(2-(2-(Perfluorohexyl)ethoxy)ethoxy]ethoxy)ethoxy)ethoxy)ethoxy)ethoxy]ethanol	C ₂₀ H ₂₉ F ₁₃ O ₇	628.1705694
11	23-(Perfluorohexyl)-3,6,9,12,15,18,21-heptaaxtricosan-1-ol)	C ₂₂ H ₃₃ F ₁₃ O ₈	672.1967841
12	26-(Perfluorohexyl)-3,6,9,12,15,18,21,24-octaoxahexacosan-1-ol)	C ₂₄ H ₃₇ F ₁₃ O ₉	716.2229989
13	29-(Perfluorohexyl)-3,6,9,12,15,18,21,24,27-nanoxanonacosan-1-ol)	C ₂₆ H ₄₁ F ₁₃ O ₁₀	760.2492136
14	32-(Perfluorohexyl)-3,6,9,12,15,18,21,24,27,30-decaoxadotriacontan-1-ol)	C ₂₈ H ₄₅ F ₁₃ O ₁₁	804.2754284

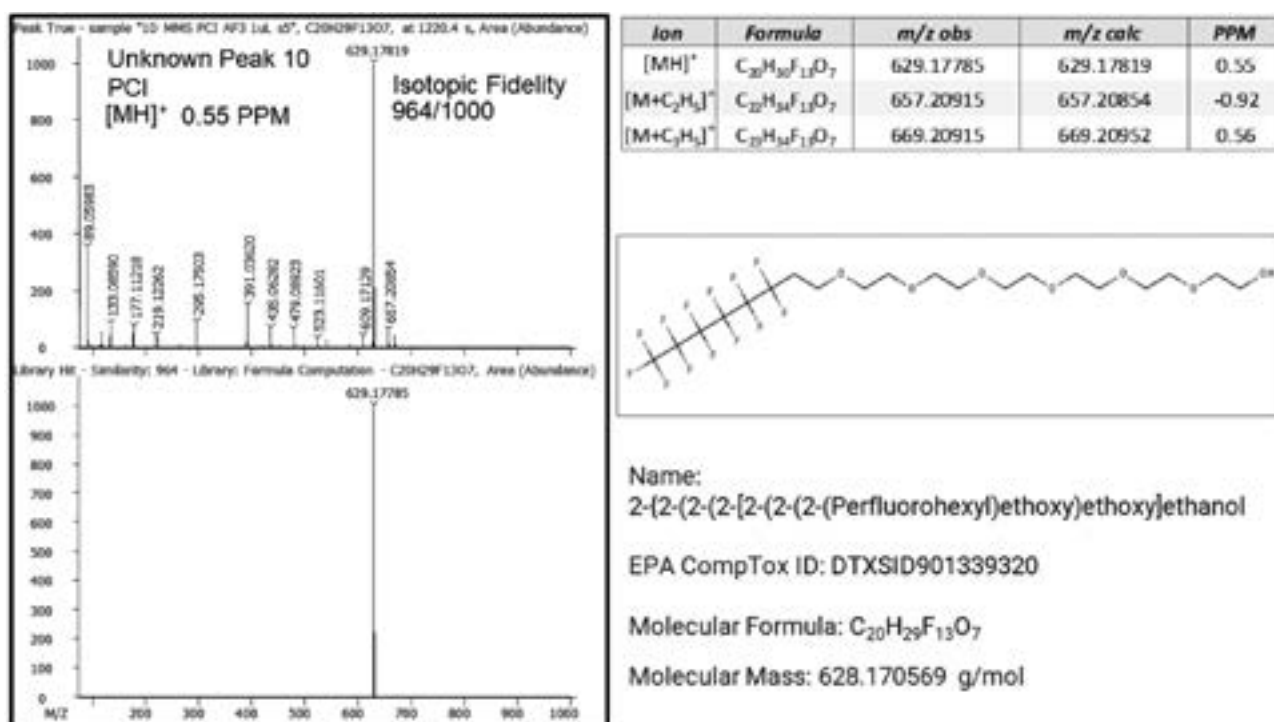


Figure 6. PCI Data and structural determination of unknown peak 10, using ChromaTOF® software with high-resolution accurate mass data for molecular adducts and subsequent search of the molecular formula with the EPA CompTox Chemicals Database.

Conclusion

Meeting the growing environmental research and regulatory needs for PFAS analysis requires the use of powerful technologies to screen for known targets and to detect and identify unknown PFAS candidates. Here, sub-nominal mass GC-TOFMS, allowed simultaneous, full mass range, highly sensitive target, and NTS screening for PFAS in Anti-Fog/Demisting products, detecting a variety of both known PFAS and unknown PFAS candidates. The use of accurate mass GC-HR-TOFMS technology with EI and CI capabilities facilitated strong tentative identifications of the unknowns to be a class of fluorotelomer ethoxylates (FTEOs). This approach, together with the results ob-

tained, suggests that these technologies are an ideal choice for screening and identification of volatile and semi-volatile PFAS, in an array of sample types in complex matrices.

References

1. Herkert N. J., Kassotis C. D., Zhang S., Han Y., Pulikkal V.F, Sun M., Ferguson P. L., and Stapleton H. M, Environmental Science and Technology 2022, 56(2), 1162-1173.
2. United States Environmental Protection Agency, Computational Toxicology Chemicals Dashboard: <https://comptox.epa.gov/>



CÓMO SACAR EL MÁXIMO PARTIDO DE TU LINER PARA GC

A continuación, se presentan una serie de preguntas y respuestas sobre los aspectos más importantes relacionados con la elección de los inlet liners para cromatografía de gases (GC) y cómo aprovechar al máximo su uso. Estas respuestas están diseñadas para proporcionar una comprensión completa de los inlet liners, desde su propósito y tipos hasta las mejores prácticas para su mantenimiento y optimización del rendimiento.

¿Qué es un GC inlet liner? ¿Cuál es su propósito?

Un GC inlet liner es típicamente un tubo de vidrio de borosilicato que proporciona una ruta de muestra a través del puerto de inyección (entrada) hasta la columna de GC. El inlet liner ayuda con la vaporización de la muestra gracias a que la geometría del inlet liner y el material de empaque aumentan el área de superficie calentada; protección de muestras mediante vidrio de borosilicato químicamente desactivado; y protección de la columna contra contaminantes de muestras no volátiles con material de empaque del inlet liner, como lana de cuarzo o fritas de vidrio, atrapando los componentes de la muestra no volátiles y evitando que ingresen a la columna.

¿Cuál es la diferencia entre los inlet liners estándar SGE® liners SGE y los inlet liners SGE OptChem™?

La desactivación estándar de SGE aplica una película delgada patentada al inlet liner, que está químicamente desactivada y estable a altas temperaturas. SGE OptChem utiliza una desactivación de película gruesa única, que está optimizada para aplicaciones altamente sensibles.

¿Por qué debería usar inlet liners pre-empaquetados con lana de cuarzo, en lugar de empaquetarlos yo mismo?

Al autoinstalar lana de cuarzo en un inlet liner, es difícil evitar por completo la rotura de las fibras de lana.

Las fibras rotas aumentarán los sitios químicamente activos dentro del liner y también pueden rayar la superficie interior del liner, provocando más problemas de actividad.

Los liners SGE se desactivan después de la inserción de lana para garantizar que los sitios activos expuestos queden inertes. Esto aumenta la reproducibilidad del análisis.

¿A qué se refiere la “geometría del inlet liner”? ¿Cómo afecta al rendimiento del inlet liner?

Varias opciones de geometría y lana de cuarzo en la gama de inlet liners de SGE permiten al usuario seleccionar la opción de liner óptima para su aplicación específica. Esta gama está codificada por colores según la geometría, lo que facilita la elección del inlet liner que necesita.

¿Puedo limpiar los GC inlet liners?

No recomendamos limpiar los inlet liners. Todos los liners fabricados por Trajan están desactivados y certificados para un alto rendimiento. Durante la limpieza, la desactivación será eliminada. La desactivación del revestimiento limpio en el laboratorio seguirá dando lugar a la presencia de sitios activos que pueden adsorber los componentes de la muestra y provocar picos de cola, con una posible pérdida de sensibilidad y reproducibilidad.

¿Son compatibles los inlet liners de SGE OptChem con los mismos solventes de inyección que los inlet liners estándar de SGE?

Como regla general, si el solvente no es dañino para la columna de GC, entonces tampoco dañará el liner. Esto es cierto tanto para los liners SGE OptChem como para los liners estándar de SGE.

¿Cómo selecciono el inlet liner correcto para mi análisis?

Disponible la Guía de Selección – Liners de GC para obtener más información sobre qué liner elegir para su análisis.



¿Cómo puedo evitar la pérdida de compuestos de alto punto de ebullición?

Trajan recomienda utilizar un inlet liner SGE con lana para evitar la pérdida innecesaria de compuestos de alto punto de ebullición. Muchos diseños incluyen empaquetaduras de lana de cuarzo desactivadas; algunas de las razones para esto son:

- Proporciona una superficie adicional para la volatilización completa de la muestra y minimizar la discriminación de la muestra.
- Atrapa los componentes no volátiles y las partículas del tabique para evitar que lleguen a la columna.
- Limpia cualquier muestra de la aguja de la jeringa, aumentando así la reproducibilidad y evitando la acumulación de residuos de muestra en el tabique.

Mis resultados muestran baja sensibilidad/baja respuesta. ¿Puede un inlet liner diferente aumentar la sensibilidad?

Hay varios factores que pueden afectar la sensibilidad, como que la temperatura de entrada sea demasiado alta o demasiado baja. En el caso de que la temperatura de entrada sea demasiado baja, aumentar la temperatura de entrada y usar un inlet liner SGE Connectite™ ayudará a aumentar la sensibilidad al minimizar la pérdida de muestra.

¿Puede el inlet liner ayudar a reducir el ruido de línea de base?

La contaminación en el inlet liner puede provocar un aumento del ruido de referencia. Cambie el inlet liner con regularidad para minimizar los problemas de ruido.

¿Puede el inlet liner extender la vida útil de mi columna de GC?

Un inlet liner relleno de lana o fritado puede ayudar a aumentar la vida útil de la columna de GC:

- Las fritas de lana o vidrio actúan como filtro al bloquear la entrada de impurezas no volátiles a la columna de GC.
- La lana de cuarzo o las fritas de vidrio pueden ayudar en la homogeneización de los analitos y disolventes evaporados en la entrada. También ayudan a transferir los analitos a la entrada de la columna del GC.

¿Con qué frecuencia debo cambiar mi inlet liner?

La vida útil de los liners es difícil de predecir, ya que variará mucho dependiendo de la naturaleza de las muestras que se introduzcan.

- Si se utiliza la inyección en el espacio de cabeza, solo entrarán vapores en la entrada del GC y el revestimiento del liner puede permanecer limpio durante meses.

NOTAS TÉCNICAS

- Si se inyectan muestras «sucias», puede ser necesario inspeccionar el liner diariamente.
- En todos los casos, tan pronto como el liner tenga residuos visiblemente acumulados en su interior, se debe cambiar por un liner nuevo.

¿Puede el inlet liner reducir los picos de cola?

La cola de pico puede tener varias causas diferentes, una de las cuales es un liner sucio, lo que aumenta los sitios activos que interactúan con la muestra inyectada a medida que se introduce en la columna de GC. Si el pico de cola persiste, es posible que desee considerar reemplazar férulas, septos y juntas tóricas, instalar una columna protectora y/o usar un solvente diferente para su análisis.

¿Cuáles son los beneficios de usar un inlet liner cónico inferior SGE OptChem con frita de vidrio?

El liner cónico SGE OptChem con frita de vidrio y junta tórica CRS ONE preinstalada proporciona los mis-

mos beneficios que un liner cónico inferior con lana de cuarzo empaquetada, además de algunas ventajas adicionales:

- La frita de vidrio presenta una distribución de densidad mejorada en comparación con los revestimientos rellenos de lana. Dado que la frita de vidrio tiene una porosidad constante, el caudal de gas a través del revestimiento es más uniforme en comparación con la lana empaquetada, lo que aumenta la reproducibilidad.

El uso de una frita elimina cualquier riesgo de rotura de la lana, lo que puede exponer los sitios activos dentro del liner y reducir la sensibilidad del análisis.

Para ampliar esta información escribe a consultas@scharlab.com.

Recursos relacionados:

https://www.trajanscimed.com/products/br-0359-a?_pos=17&_sid=2105b7f99&_ss=r

SGE Inlet liners

Confidence in your analysis

Spot the difference in the SGE lineup

www.trajanscimed.com

NORMAS DE PUBLICACIÓN

La revista *Cromatografía y Técnicas Afines (CTA)* (ISSN 1132-1369) es el boletín de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) cuya función es la de ser un medio de comunicación entre sus miembros, los profesionales que trabajan en cromatografía y técnicas relacionadas y las empresas del sector.

CTA CONSTA DE LAS SIGUIENTES SECCIONES:

1. Editorial.
2. Artículos científicos.
3. Noticias de la SECyTA (información relacionada con próximas actividades y reuniones de la SECyTA, y con cualquier tema que afecte a los socios de la misma).
4. Informaciones (congresos, reuniones, cursos, nuevas tesis doctorales y otros acontecimientos de interés).
5. Información bibliográfica (reseña de artículos científicos y libros).
6. Novedades y notas técnicas (sección de información de los nuevos productos y/o aplicaciones de las empresas colaboradoras con la SECyTA).
7. Correspondencia (preguntas y respuestas sobre problemas concretos de los lectores de CTA).

ARTÍCULOS CIENTÍFICOS

CTA publica artículos relacionados con técnicas analíticas (de separación, de identificación, etc.), bien sobre investigaciones en las propias técnicas o sobre aplicaciones de las mismas. Los autores de los artículos recibirán una compensación económica (**300 euros**) por cada artículo publicado en CTA.

Normas generales de publicación

Para publicar artículos en CTA **no** es necesario ser socio de la SECyTA.

El idioma de la revista y, por tanto de escritura de los artículos, es el castellano, aunque se admiten también artículos en inglés.

Los artículos pueden ser de los siguientes tipos:

- Trabajos originales de investigación.
- Revisiones bibliográficas.
- Artículos de divulgación.
- Series monográficas.

Los trabajos deberán estar escritos a doble espacio, con un tamaño de fuente de 10 ó 12 pt y cada página deberá ir numerada. El tamaño de los trabajos

estará comprendido entre 10 y 30 hojas (DIN A4) incluidas tablas, figuras y bibliografía y deberán enviarse por e-mail a cualquiera de las siguientes direcciones:

mlsanz@iqog.csic.es, ana.ruiz@csic.es,
acsoria@iqog.csic.es, mario@iqog.csic.es

Los trabajos de investigación no deberán haberse publicado previamente. Antes de su publicación todos los trabajos serán revisados por especialistas en el tema, quienes juzgarán la conveniencia de su publicación o propondrán a los autores las modificaciones oportunas.

Título: Deberá ser conciso y reflejar el contenido del trabajo. A continuación se citará el nombre de los autores con la dirección completa de cada uno de ellos, incluyéndose también el correo electrónico y teléfono del autor al que deberá remitirse la correspondencia.

Resumen: De 100 a 150 palabras reflejando de forma clara y concisa el propósito y los resultados más relevantes del artículo.

Texto principal: los trabajos originales de investigación seguirán el formato tradicional, incluyendo **Introducción, Materiales y Métodos, Resultados y Discusión, Conclusiones y Bibliografía.**

Bibliografía: Las referencias bibliográficas aparecerán en el texto entre paréntesis con el apellido de los autores y el año (e.g. Bianco y Edwards, 2008). Si son más de dos autores, se citará el apellido del primero seguido por "y col.," y el año de publicación (e.g. García-Pérez y col., 2007). Si se citan varias referencias juntas se separarán por punto y coma (e.g. Smith y col., 1980; Brit y col., 1985). Al final del artículo las referencias serán ordenadas por orden alfabético con el siguiente formato:

- 1) Hirota, T., Ohki, K., Kawagishi, R., Kajimoto, Y., Mizuno, S. *Hypertens. Res.* 2007 (30), 489-496.
- 2) Venter, J. C. "The Emission of Sulfur to the Remote Atmosphere" en *The Biogeochemical Cycling of Sulfur and Nitrogen* (Eds. J. N. Galloway y col.). D. Reidel Publishing Co., Dordrech, Holland (1985), p. 346.

Tablas: Se enviarán con un breve encabezamiento y numeradas según el orden de aparición en el texto.

Figuras: Se enviarán en un archivo diferente, separadas y numeradas por orden de aparición en el texto. Las leyendas deberán incluirse al final del artículo a continuación de la bibliografía.

NUEVAS TESIS DOCTORALES

En esta sección se incluyen resúmenes en español de las Tesis Doctorales que se han defendido en los últimos 12 meses. La extensión no debe ser superior a 300 palabras incluyendo título de la tesis, lugar y fecha de defensa y directores de la misma. Sería conveniente incluir una foto del doctor.

El número de resúmenes estará condicionado al espacio disponible para esta sección dentro del Boletín.

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA - ARTÍCULOS DE INTERÉS

En esta sección se incluye una revisión de tres artículos recientes y de diferentes autores sobre un tema de interés dentro del ámbito de la cromatografía y técnicas afines. Estas contribuciones serán remuneradas con **75 euros**.

NOTAS TÉCNICAS

Las empresas colaboradoras de la SECyTA pueden contribuir en esta sección con información técnica (nuevos desarrollos, aplicaciones, etc.) en el campo de la cromatografía y técnicas afines. Deberán remitirse a la redacción de CTA con anterioridad a los días **1 de mayo** (para el primer número) y **1 de noviembre** (para el segundo).

NOVEDADES TÉCNICAS

Las empresas colaboradoras de la SECyTA disponen en cada número de una página gratuita para informar sobre las novedades de sus productos. La extensión máxima de los originales será 3 DIN A4 mecanografiados a doble espacio, pudiéndose incluir algunos gráficos y fotografías en blanco y negro (no más de tres). Los plazos de envío serán los indicados en las Notas técnicas.

PUBLICIDAD

Cualquier empresa puede publicar anuncios de sus productos, teniendo las empresas colaboradoras de la SECyTA descuentos sobre las tarifas generales.

La adjudicación de los espacios disponibles destinados a publicidad se realizará por riguroso orden de petición.

OTRAS SECCIONES

CTA agradecerá toda la información que reciba de sus lectores sobre asuntos de interés general dentro del campo de la cromatografía y técnicas afines (cursos, conferencias, congresos, ofertas de trabajo, informes sobre el trabajo de grupos españoles y extranjeros, reseñas de libros o cualquier tipo de colaboración).

A su vez, CTA publicará, en la medida de lo posible, respuestas de especialistas a todas aquellas cuestiones concretas que formulen los lectores en relación con sus problemas en el laboratorio o con asuntos relacionados en general con la cromatografía y técnicas afines.

Para cualquier cuestión relacionada con CTA pueden ponerse en contacto con:

Dra. Ana Cristina Soria Monzón

Instituto de Química Orgánica General, CSIC.
Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.
Tel.: +34 912 587 559
acsoria@iqog.csic.es

Dra. Ana Isabel Ruiz Matute

Instituto de Química Orgánica General, CSIC.
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid.
Tel.: +34 912 587 559
ana.ruiz@csic.es

Dra. Mariluz Sanz Murias

Instituto de Química Orgánica General, CSIC.
Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.
Tel.: +34 912 587 559
mlsanz@iqog.csic.es

Dr. Mario Fernández Martín

Instituto de Química Orgánica General, CSIC.
Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.
Tel.: +34 912 587 559
mario@iqog.csic.es

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

Condiciones para la concesión de ayudas para la asistencia a Congresos/Reuniones de carácter nacional e internacional (aprobadas por la Junta de Gobierno de la SECyTA en sesión celebrada el 23 de enero de 2018)

1. Requisitos generales para optar a una beca concedida por la SECyTA.
 - 1.1. Ser miembro de la SECyTA.
 - 1.2. Encontrarse en una de las siguientes opciones:
 - 1.2.1. Realizando la tesis doctoral o un trabajo de investigación de máster o equivalente en un centro de investigación.
 - 1.2.2. En una etapa post-doctoral en un centro de investigación dentro de los 2 años posteriores a la lectura de la tesis doctoral y tener una antigüedad como socio de la SECyTA de, al menos, 2 años.
 - 1.3. No ser miembro de la plantilla laboral permanente del centro de investigación.
2. Requisitos adicionales para la asistencia a las Reuniones Científicas de la SECyTA.
 - 2.1. Se podrán conceder un máximo de 2 becas por investigador sénior (socio de la SECyTA) inscrito en la Reunión.
 - 2.2. Solo se podrá solicitar una ayuda por comunicación presentada en la Reunión.
3. Requisitos adicionales para la asistencia a Reuniones y/o Congresos Internacionales.
 - 3.1. Encontrarse en una de las siguientes opciones:
 - 3.1.1. Realizando la tesis doctoral o trabajo de investigación de máster o equivalente (como mínimo, en su segundo año) en un centro de investigación y tener una antigüedad mínima como socio de la SECyTA de 1 año.
 - 3.1.2. En una etapa post-doctoral en un centro de investigación dentro de los 2 años posteriores a la lectura de la tesis doctoral y tener una antigüedad como socio de la SECyTA de, al menos, 2 años.
 - 3.2. No haber disfrutado de otra beca semejante concedida por la SECyTA durante la realización del trabajo de investigación.
 - 3.3. Se establece la necesidad de que se trate de congresos relacionados con el fin de la SECyTA o bien que la SECyTA figure como colaboradora o coorganizadora del Congreso.
 - 3.4. El solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la página web de la Sociedad. Si se conceden más de una beca para la asistencia a un mismo congreso se podrá elaborar el informe de forma conjunta.
 - 3.5. Tener aceptada una comunicación (oral o póster) en el congreso para el que se solicita la beca.
 - 3.6. Sólo se admitirán solicitudes hasta un mes antes de la celebración del Congreso
4. Requisitos adicionales para la asistencia a Reuniones y/o Congresos patrocinados por la SECyTA.
 - 4.1. Ser miembro de la SECyTA con una antigüedad superior a 1 año.
 - 4.2. No haber disfrutado de otra beca semejante en el mismo año natural.
 - 4.3. El solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la Página Web de la Sociedad. Si se conceden más de una beca para la asistencia a un mismo congreso se podrá elaborar el informe de forma conjunta.
 - 4.4. Tener aceptada una comunicación (oral o póster) en el congreso para el que se solicita la beca.
 - 4.5. Solo se admitirán solicitudes hasta un mes antes de la celebración del Congreso.

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

Dr. Juan Vicente Sancho Llopis
 Instituto Universitario de Plaguicidas y Aguas
 Departamento de Química Física y Analítica
 Universitat Jaume I
 Edificio de Investigación I
 Campus del Riu Sec
 Avda Vicente Sos Baynat, s/n
 12071 Castelló de La Plana (Spain)
 Tel.: +34 964 387 363
 Fax: +34 964 387 368
 e-mail: secretaria@secyta.es

Cuota anual: 30 EUROS

- Señale la casilla correspondiente a la dirección en la que desea recibir la correspondencia.
- Puede efectuar el pago de la cuota del primer año mediante cheque bancario (adjuntándolo a esta solicitud) o mediante ingreso/transferencia a la Cuenta Corriente del Banco BBVA:

ES13 0182 4162 2702 0153 0059 (Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines)
 Debe figurar en el ingreso o transferencia: "ALTA SECYTA + nombre y primer apellido del Socio"
- ¿Autoriza a incluir su correo electrónico en la página Web de la SECyTA? (tache lo que NO proceda):
 SI NO
- ¿Autoriza a que aparezcan su nombre y dirección de contacto en el apartado "Nuevos socios" del Boletín? (tache lo que NO proceda):
 SI NO

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

HOJA DE INSCRIPCIÓN

Apellidos Nombre

DNI

Domicilio particular:

Calle Núm.

Municipio Provincia Código postal

Teléfono Correo electrónico

Industria u organización:

Calle Núm.

Municipio Provincia Código postal

Teléfono Correo electrónico

DATOS BANCARIOS

Banco/Caja de Ahorros

Sucursal

Dirección Ciudad

D.

Con domicilio en

Y con IBAN ES_ / _ / _ / _ / _ / _

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

Atentamente le saluda,

En a de de 20

Firma:

YA ESTÁ AQUÍ EL PRÓXIMO GRAN HITO EN GC-MS - *EL PEGASUS BTX*

- El GC-TOFMS más compacto y sensible del mercado
- Novedosa tecnología TOF para una vida útil más extensa y reducidos costes de mantenimiento
- Adquisición completa de datos espectrales sin pérdida de sensibilidad debido a su fuente de iones StayClean(R)



*Para más información, por favor,
visite en nuestra página web la
sección dedicada al Pegasus BTX:
<https://www.leco-europe.eu>*



