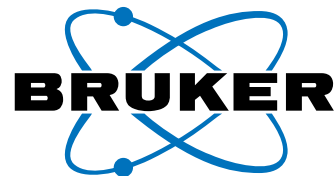


CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

37
BOLETÍN DE LA SECYTA
VOLUMEN 37 NÚM.2 (2016)
WWW.SECYTA.ORG

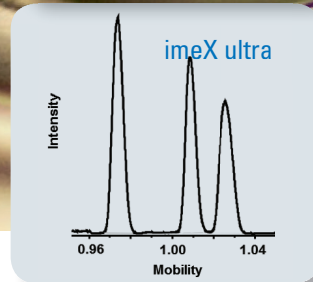
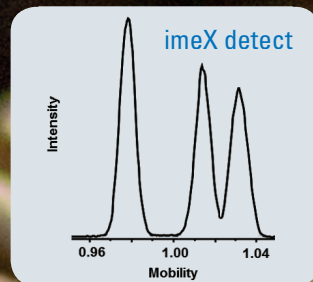
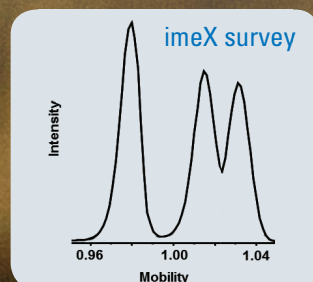


Bruker timsTOF™

Flexibilidad para realizar sus ideas



La tecnología imeX™ exclusiva ofrece alta resolución en movilidad iónica totalmente ajustable. Permite resolver picos solapados, focalizarse en picos de interés, o analizar con precisión CCS.



La movilidad iónica es una técnica de separación eficaz complementaria a la espectrometría de masas que resuelve la estructura tridimensional de un ion. Incrementa la capacidad analítica del sistema, así como la confianza en la caracterización del compuesto.

timsTOF, Bruker presenta la nueva generación de la espectrometría de masas con movilidad iónica.

Bruker ha diseñado el espectrómetro de masas timsTOF como una plataforma abierta, que pueda satisfacer su experiencia y curiosidad.

Para más información, visite www.timstof.com

TIMS-QTOF MS

Innovation with Integrity

Solo para investigación. No para uso diagnóstico.

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, Diciembre de 2016 Vol. 37, núm. 2

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

50	EDITORIAL
	ARTÍCULO
51	Estudio comparativo de distintas configuraciones y modos de trabajo en GC-MS para la identificación y determinación instrumental de drogas de abuso. <i>Jorge Sáiz, Carmen García-Ruiz, Belén Gómara</i>
	NOTICIAS DE LA SECyTA
65	XVI Reunión Científica de la SECyTA (45ª Reunión Científica del GCTA)
66	XII Edición de los Premios “José Antonio García Domínguez”
70	16ª Asamblea General de la SECyTA
76	Nuevos socios
77	Homenaje a socios
78	Jubilaciones: María José González Carlos
	INFORMACIONES
79	Congresos celebrados
86	Calendario de actividades
	INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA
87	Artículos de interés
	DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS
90	Notas técnicas
94	Novedades técnicas

Redacción: María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)
Ana Cristina Soria Monzón (acsoria@iqog.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
Fco. Javier Moreno (javier.moreno@csic.es)
Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC-UAM)
Nicolás Cabrera 8, 28049 Madrid. Tel. 91-0017900

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

Colaboradores: J. Sanz, D. Muñoz-Mingarro

Depósito legal: M-1902-1975

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

Diseño de portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

Queridos socios de la SECyTA,

En primer lugar querría compartir con vosotros el éxito alcanzado en la XVI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (45ª Reunión del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines) que tuvo lugar del 2 al 4 de noviembre de 2016 en Sevilla. Durante esos tres días tuvimos un programa científico muy intenso, con un total de 179 comunicaciones científicas, 27 de cuales se presentaron en forma oral, 137 pósteres, 12 de ellos seleccionados como poster flash y 5 conferencias plenarias impartidas por investigadores nacionales e internacionales de reconocido prestigio. Además, disfrutamos de un excelente marco en el que todos los asistentes, más de 180 congresistas, tuvimos la oportunidad de intercambiar conocimientos y experiencias, así como de conocer de primera mano las últimas novedades en el campo de las técnicas de separación y sus principales aplicaciones. En cuanto a la exposición comercial, la colaboración e implicación de las casas comerciales, ha sido en esta edición muy destacada con un total de 14 expositores, además de 4 presentaciones técnicas y 4 seminarios comerciales incluidos dentro del programa científico. Por último, y no por ello menos importante, se concedieron un total de 40 becas de inscripción y ayudas de viaje para facilitar a nuestros jóvenes investigadores en formación su asistencia a la reunión.

Estos datos nos permiten ser optimistas, teniendo en cuenta los problemas de financiación que estamos sufriendo en los últimos años. Debemos felicitarlos por el nivel de participación alcanzado en la Reunión de Sevilla, que ha sido ligeramente superior al de ediciones anteriores, y en especial por el hecho de que sigue aumentando la participación de los jóvenes investigadores. La prueba está en el elevado número de trabajos presentados a los premios José Antonio García Domínguez, que casi duplica a la registrada en ediciones anteriores. Además, las interesantes conferencias impartidas nos han permitido conocer los últimos avances en metabolómica (Dra. Sarah De Saeger, Universidad de Ghent, Bélgica), en la aplicación de la cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas de relación isotópica a la determinación de compuestos volátiles (Dr. Jorge E. Spangenberg, Universidad de Lausanne, Suiza), en el análisis de aguas y fluidos producidos por fractura hidráulica (Dr. E. Michael Thurman, Universidad de Colorado, USA), en el papel de la espectrometría de masas de alta resolución y en tándem en el análisis ambiental y alimentario (Dra. Encarnación Moyano, Universidad de Barcelona) y, por último, una visión personal de los avances de la Química Ambiental de la mano de las Técnicas de Separación (Dra. María José González, CSIC, Madrid). No podemos dejar de lado el apoyo económico y esfuerzo de las casas comerciales, que sigue siendo muy importante. Todo ello no hubiera sido posible sin el esfuerzo y trabajo de los organizadores de este congreso, los Dres. José A. González Pérez y José Mª de la Rosa Arranz, así como por los miembros de los Comités Científico presidido por el Dr. Francisco J. González Vila, que han preparado un programa científico atractivo, competitivo y de calidad, así como un programa social excelente que será recordado por todos nosotros durante mucho tiempo. Tanto la visita guiada a los Reales Alcázares y la posterior recepción en la Real Fábrica de Tabacos de Sevilla, actual sede del rectorado la Universidad de Sevilla, como la cena de Gala en la Hacienda de Montecarmelo, nos hicieron disfrutar de un entorno maravilloso e inolvidable.

Durante la reunión tuvo lugar también la 16ª Asamblea General de la SECyTA, donde se informó a los socios asistentes de las actuaciones y acuerdos tomados por la Junta de Gobierno de la SECyTA a lo largo de este último año, además de los aspectos económicos y de gestión de nuestra sociedad. Entre los temas tratados destacan las acciones llevadas a cabo para promover la asistencia de nuestros jóvenes investigadores, las relaciones establecidas con otras instituciones y sociedades y las mejoras realizadas tanto en la web como en el Boletín para dar una mayor visibilidad y difusión al trabajo de investigación realizado por nuestros socios. Otro de los aspectos tratados fue la organización de la próxima reunión de la SECyTA en el año 2017. Como ya sabéis, el próximo congreso se debería celebrar dentro del marco de Expoquimia en las Jornadas de Análisis Instrumental. Sin embargo, las condiciones económicas y de organización ofrecidas por los responsables de Expoquimia han hecho que se desestimara su propuesta y, por tanto, desde la Junta estamos trabajando para organizar la próxima reunión científica de la SECyTA 2017.

Francisco Javier Santos Vicente
Presidente de la SECyTA

ARTÍCULOS

Estudio comparativo de distintas configuraciones y modos de trabajo en GC-MS para la identificación y determinación instrumental de drogas de abuso

Jorge Sáiz^{a,b,c}, Carmen García-Ruiz^{b,c}, Belén Gómara^a.

^aInstituto de Química Orgánica General, CSIC. Calle Juan de la Cierva 3, 28006, Madrid.

^bDepartamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química. Universidad de Alcalá, Ctra. Madrid-Barcelona Km 33.6, 28871 Alcalá de Henares, Madrid, Spain.

^cInstituto Universitario de Investigación en Ciencias Policiales. Universidad de Alcalá, Ctra. Madrid-Barcelona Km 33.6, 28871 Alcalá de Henares, Madrid, Spain.

RESUMEN

La cocaína, el cannabis, la heroína y otros opioides son algunas de las drogas más peligrosas y más consumidas en Europa y su consumo se demuestra mediante la determinación de las drogas parentales o de sus metabolitos en diferentes tipos de matrices biológicas. Se pueden usar muchas metodologías analíticas con este propósito y estas pueden presentar diferencias importantes en sensibilidad y eficacia. En este trabajo empleamos diferentes configuraciones y modos de trabajo en cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) para cuantificar cocaína, cocaetileno, benzoilecgonina, morfina y Δ^9 -tetrahidrocannabinol, con el fin de comparar la influencia de dichas variables en la determinación instrumental de estos compuestos. También se investigan otros aspectos importantes, como son el proceso de derivatización o la configuración del electromultiplicador. Los resultados muestran diferencias en la precisión y en los límites de detección. Se pueden también observar las ventajas y limitaciones encontradas dependiendo de las configuraciones y modos de trabajo de GC-MS usados para determinar las drogas y metabolitos estudiados.

INTRODUCCIÓN

La cocaína, el cannabis y los opioides se encuentran entre las drogas que más se consumen hoy en el mundo. En concreto, en Europa la cocaína y el cannabis son las drogas que se usan con más frecuencia, normalmente combinadas con alcohol. Además, España ha estado al frente de la lista de países europeos con mayor prevalencia en el empleo de cocaína y cannabis durante los últimos 15 años (*European Monitoring Centre for Drugs and Drug Addiction, 2015*). Aunque la prevalencia es menor en el consumo de heroína y otros opioides, el uso de estas drogas está aumentando en los últimos años, principalmente en adultos mayores de 34 años (*European Monitoring Centre for Drugs and Drug Addiction, 2016*).

La cocaína es una sustancia estimulante y altamente adictiva que incrementa los niveles de dopamina en el

cerebro. Entre los efectos sobre la salud que produce la cocaína, los más graves son los ataques al corazón y los derrames cerebrales, los cuales pueden producir la muerte (*National Institute on Drug Abuse, 2016*). Por otro lado, el cannabis contiene Δ^9 -tetrahidrocannabinol (THC), que es una sustancia psicoactiva. El THC actúa en receptores específicos del cerebro alterando la percepción y el sentido del tiempo, produciendo cambios de humor, dificultando los procesos cognitivos y afectando a la memoria. El cannabis también afecta al desarrollo del cerebro, lo que reduce la inteligencia, la memoria y las capacidades de aprendizaje en adolescentes (*National Institute on Drug Abuse, 2016*). Además, de acuerdo con Lopez-Quintero y col. (2011) el cannabis puede producir adicción en el 8,9% de los consumidores. Los opioides incluyen la heroína, que es una sustancia ilegal, y otras sustancias analgésicas legales, como la oxycodona, la hidrocodona, la codeína o la morfina. Aunque los analgésicos son, en general, seguros cuando se usan siguiendo las indicaciones de un médico, no es infrecuente encontrar casos de mal uso debido a que producen euforia. De hecho, cuando se usan regularmente, la heroína y otros opioides pueden producir dependencia y, si se abusa de ellos, pueden producir la muerte por sobredosis (*National Institute on Drug Abuse, 2016*).

Cuando se consume cocaína, esta se metaboliza rápidamente y casi por completo en benzoilecgonina. Por lo tanto, en muestras biológicas, el uso de cocaína se demuestra mediante la determinación de este metabolito. Sin embargo, cuando la cocaína se consume en combinación con alcohol, se produce un proceso de transesterificación entre la cocaína y el alcohol que forma cocaetileno (*Cognard y col., 2006*). Por lo tanto, el cocaetileno también se determina en muestras biológicas con el fin de demostrar el consumo de cocaína. En relación al uso del cannabis, el THC es el compuesto que normalmente se determina en la búsqueda de consumidores de cannabis (*Peters y col., 2012; Baciú y col., 2015*). Por su parte, la heroína se metaboliza primero en 6-monoacetilmorfina, la cual se convierte rápidamente en morfina (*Konstantinova y col., 2012*). La codeína (un analgésico) también se convierte en morfina en el organismo (*DePriest y col., 2015*). Por lo tanto, la

presencia de morfina puede ser un indicativo del uso de heroína y de ciertos opioides. Sin embargo, se deben considerar también otros metabolitos para demostrar fielmente el uso de heroína (Konstantinova y col., 2012).

Para la determinación de drogas de abuso y de sus metabolitos se utilizan diferentes metodologías analíticas. La mayoría se basan en técnicas de cromatografía de líquidos (LC) y cromatografía de gases (GC), por ser ambas técnicas de separación con un alto poder de resolución (Baciu y col., 2015). Debido a su naturaleza altamente específica y a su sensibilidad, la espectrometría de masas (MS) se suele utilizar como sistema de detección en combinación con LC y GC para la determinación de drogas de abuso. La espectrometría de masas en tándem (MS/MS) emplea más de una etapa de análisis de masas, resultando más selectiva cuando se estudia la fragmentación de iones específicos y, en principio, es más aconsejable que una sola etapa de MS. El carácter polar de la mayoría de estas drogas y de sus metabolitos hace, en principio, a la LC-MS más apropiada que la GC-MS para el análisis de estos analitos, ya que, para esta última, se requiere una etapa de derivatización de las muestras antes de su análisis (Baciu y col., 2015). Sin embargo, la LC-MS muestra ciertas desventajas, como un posible efecto matriz en el análisis de muestras reales, especialmente cuando se usa en combinación con electroespray. Este efecto matriz puede causar alteraciones en la respuesta debido a la presencia de compuestos que coeluyen con el analito y que puede aumentar la señal, por la producción de más iones de analito, o puede disminuirla, por la inhibición de los mismos (Peters y col., 2012). Esto afecta considerablemente a parámetros importantes como los límites de detección (LOD), los límites de cuantificación (LOQ), la linealidad, la precisión o la exactitud (Baciu y col., 2015). Con el fin de evaluar y compensar el efecto matriz, se suelen añadir patrones internos, como compuestos marcados isotópicamente (Stokvis y col., 2005), que presentan un elevado coste, o compuestos análogos a los analitos de interés (Favretto y col., 2011). Respecto a la GC-MS, es una técnica importante para la determinación de drogas de abuso que no presenta las desventajas de LC-MS y resulta, además, más barata. Las fuentes de iones de impacto electrónico (EI) son las más usadas en GC y las que proporcionan límites de detección bajos y una alta sensibilidad (Baciu y col., 2015). Además, las fragmentaciones de iones son muy reproducibles. Wu y col. (2008) desarrollaron un método de GC-EI/MS utilizando un cuadrupolo sencillo que operaba en el modo de monitorización selectiva de iones (SIM) con el fin de cuantificar anfetaminas, ketamina, opiáceos (incluyendo la morfina) y sus metabolitos. Por otro lado, Cordero y col., (2007) usaron una metodología diferente con un GC-EI/MS, también operando en el modo SIM con un cuadrupolo sencillo, para la cuantificación de anfetaminas, opiáceos (incluyendo

morfina), diazepam, cocaína y cocaetileno. Minoli y col., (2012) desarrollaron un método más sofisticado usando el modo de monitorización de reacciones múltiple (MRM) en un GC-EI/MS/MS con un cuadrupolo triple para la cuantificación de THC y su metabolito principal. Las drogas de abuso y sus metabolitos se han analizado también empleando analizadores de MS en tándem como son las trampas iónicas, tal y como indican Emidío y col. (2010) para la cuantificación de cannabinoides y Gambelunghe y col., (2007) para la cuantificación de esteroides, cocaína y benzoilecgonina. La ionización química (CI) como fuente de ionización también se ha usado en GC-MS para la determinación de estos compuestos, en modo positivo (PCI) o negativo (NCI), por ser más selectiva que el EI (Baciu y col., 2015). Cognard y col. (2005) desarrollaron un método GC-PCI/MS/MS con una trampa de iones para la cuantificación de cocaína y tres de sus metabolitos, incluyendo el cocaetileno. Por último, también se ha determinado el metabolito principal del THC usando GC-NCI/MS/MS (Nehela y col., 2016).

A la vista de la bibliografía consultada, resulta evidente que existen muchas posibilidades diferentes para determinar y cuantificar drogas de abuso y sus metabolitos por GC, combinando distintos tipos de fuentes de iones y analizadores de masas. Por otro lado, las diferentes empresas del sector analítico ofrecen sus propios equipos, con características y prestaciones específicas de cada uno de ellos. Además, de acuerdo a los fabricantes, ciertos espectrómetros de masas pueden trabajar en diferentes modos de adquisición, lo que podría afectar a la sensibilidad y la eficacia en general del método analítico. Por todo ello, el objetivo de este trabajo fue comparar distintas configuraciones (inyectores, fuentes de ionización, analizadores de masas, etc.) y modos de operación de GC-MS para la cuantificación de cocaína, cocaetileno, benzoilecgonina, morfina y THC.

MATERIAL Y MÉTODOS

• Reactivos y patrones

Todos los reactivos usados fueron de calidad analítica. El *n*-hexano (95%) se adquirió a J. T. Baker (Deventer, Holanda). La cocaína, el cocaetileno, la benzoilecgonina, la morfina y el (–)-trans- Δ^9 -tetrahidrocannabinol se adquirieron a Cerilliant (Cerilliant Corp., Round Rock, TX). El agente derivatizante *N*-Metil-*N*-(trimetilsilil) trifluoroacetamida (MSTFA, $\geq 98.5\%$) para GC se adquirió a Sigma-Aldrich (Buchs, Switzerland).

Se preparó una disolución concentrada (100 $\mu\text{g/mL}$) que contenía la mezcla de todos los compuestos objeto de estudio en MSTFA y se incubó a 100 °C durante 30 min para llevar a cabo la derivatización por silylación. Esta

disolución se almacenó a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ y posteriormente se hicieron diluciones de la misma, también en MSTFA, para obtener las concentraciones indicadas en los diferentes estudios de caracterización descritos más adelante. Los patrones derivatizados se inyectaron directamente en los equipos de GC-MS.

- *Instrumentación*

Se usaron dos equipos de GC-MS para los análisis.

El primer equipo que se usó en este trabajo fue un GC Thermo TRACE GC Ultra acoplado a un espectrómetro de masas TSQ Quantum XLS con un triple cuadrupolo (Thermo Fischer Scientific Inc., Bremen, Germany), que trabajaba en el modo de EI a -70 eV de energía, en los modos de SIM -EI-QqQ(SIM)- y MRM -EI-QqQ(MRM)-. La corriente del filamento se fijó a $150\text{ }\mu\text{A}$. Las inyecciones se hicieron en un inyector con vaporización a temperatura programada (PTV) en modo sin división de flujo (splitless). El flujo empleado antes de la inyección estaba programado en 10 mL/min y el tiempo utilizado fue de 2 min. La temperatura inicial del inyector fue de $130\text{ }^{\circ}\text{C}$. Esta temperatura se incrementó a $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $14,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ y la temperatura se mantuvo a ese valor durante 2 min con una purga constante del septum. Después de la fase de transferencia, se programó una fase de limpieza del inyector, que consistió en un incremento de la temperatura del inyector a $14,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ hasta $330\text{ }^{\circ}\text{C}$. Una vez alcanzada esa temperatura, esta se mantuvo a $330\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 5 min. El flujo del gas portador también se incrementó a 50 mL/min en la fase de limpieza. Las temperaturas de la línea de transferencia entre el cromatógrafo de gases y el espectrómetro de masas y de la fuente de ionización se mantuvieron a $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $240\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente, y se usó Ar a 1 mTorr como gas en la celda de colisión para los experimentos de MRM. Se usó el software Xcalibur™ 2.1.0.1140 (Thermo Fischer Scientific Inc., San Jose, CA, USA) para la recogida y el procesamiento de los datos.

El segundo equipo empleado en este trabajo fue un GC Agilent 6890N acoplado a un espectrómetro de masas cuadrupolar Agilent 5975MSD (Agilent Technologies, Palo Alto, CA, USA), con el que se trabajó en los modos de ionización EI -EI-Q(SIM)- y PCI -PCI-Q(SIM)-, con modo de detección SIM. El electromultiplicador se configuró en "Gain factor mode", con un factor de ganancia de 1. Las inyecciones se llevaron a cabo sin división de flujo (splitless) en condiciones isotermales. El flujo fue de 10 mL/min antes de la inyección y el tiempo 2 min. La temperatura del inyector se mantuvo a $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ con una purga constante del septum. La corriente del filamento fue de $150\text{ }\mu\text{A}$. La temperatura de la línea de transferencia se fijó a $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, la fuente de ionización se configuró a $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ y la temperatura del cuadrupolo fue de $150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Se inyectó $1\text{ }\mu\text{L}$ de cada disolución patrón en los equipos. Se usó una columna capilar HP-5MS (30 m longitud \times $0,25\text{ mm}$ diámetro interno, $0,25\text{ }\mu\text{m}$ de espesor de fase estacionaria) de Agilent Technologies (Palo Alto, CA, USA) para la separación. En ambos equipos se empleó la misma columna y el mismo programa de temperaturas. La temperatura inicial fue de $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ y se mantuvo durante 2 min. Después se programó un incremento de $120\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ hasta $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ y a continuación la temperatura siguió aumentando $1\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ hasta $264\text{ }^{\circ}\text{C}$. Finalmente se programó un incremento de $120\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ hasta $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ y se mantuvo esta temperatura durante 2 minutos más. Como gas portador se usó He, a un flujo de $0,8\text{ mL/min}$. La adquisición de datos se inició 5 min después de que comenzase la separación cromatográfica y se detuvo 2,2 min después.

- *Evaluación de las características analíticas*

- *Intervalos de concentración de trabajo y coeficiente de determinación*

Los intervalos de concentración de trabajo se calcularon con ocho disoluciones de patrones de diferentes concentraciones entre $0,01$ y $25\text{ }\mu\text{g/mL}$. Dichas disoluciones se emplearon para obtener las rectas de calibrado utilizando un ajuste lineal y calculándose el coeficiente de determinación (r^2) en cada caso.

- *Precisión*

La precisión de los diferentes métodos se evaluó en términos de repetibilidad y de precisión intermedia. La repetibilidad se calculó a dos niveles diferentes de concentración, $0,1$ y $1\text{ }\mu\text{g/mL}$, con cinco análisis consecutivos, mientras que la precisión intermedia se calculó en cinco análisis no consecutivos a lo largo de una semana, con los mismos dos niveles de concentración.

- *Límites de detección*

De acuerdo con la US Food & Drug Administration Office of Foods and Veterinary Medicine (2015), el LOD es la concentración mínima de un analito que se puede distinguir de cero con seguridad. Existen muchas estrategias posibles y diferentes para determinar LODs, dependiendo de si el procedimiento es instrumental o no instrumental (*European Medicines Agency, 1995*). En este trabajo se usaron siete métodos diferentes para el cálculo de los valores de LOD.

(i) Cálculo basado en la desviación estándar de la respuesta, empleando el valor de 3 veces la desviación estándar obtenida mediante el análisis de muestras a baja concentración para calcular de manera proporcional el valor del LOD. Para esta proporción se usa el área obtenida de dichas muestras.

$$\text{LOD} = 3 \times \text{SD} \times C / A$$

donde SD es la desviación estándar de las áreas de los análisis repetidos, C es la concentración baja de la muestra y A es la media de las áreas de los picos obtenidos en los análisis.

(ii) Cálculo basado en la desviación estándar de la respuesta y en la pendiente de la recta de calibrado, en el que introduce el valor de tres veces la desviación estándar en la recta de calibrado para obtener un LOD basado en la pendiente de la recta.

$$\text{LOD} = 3 \times \text{SD} / S$$

donde SD es la desviación estándar de las áreas de los análisis repetidos y S es la pendiente de la recta de calibrado.

(iii) Cálculo basado en la relación señal/ruido (medida por el usuario), en el que la señal de una muestra a baja concentración se divide por la señal del ruido en la zona cercana al pico y se establece de manera proporcional la concentración mínima a la que el analito se puede detectar con seguridad estableciendo una relación señal/ruido de 3.

$$\text{LOD} = 3 \times C / (S/N)_{\text{usuario}}$$

donde C es la concentración baja de la muestra y $(S/N)_{\text{usuario}}$ es la relación señal/ruido (medida por el usuario).

(iv) Cálculo basado en la señal del ruido (medida por el usuario) y en la pendiente de la recta de calibrado, en el que el valor obtenido de multiplicar tres veces la altura del ruido en una muestra blanco se representa en la recta de calibrado para obtener un valor de concentración basado en la pendiente. Primero se estima el valor del área para una señal correspondiente a tres veces la altura del ruido del blanco usando muestras de baja concentración. Después, el área estimada se introduce en la recta de calibrado para obtener una concentración correspondiente al LOD.

$$N_A = 3 \times N_{\text{usuario}} \times A / H$$

$$\text{LOD} = 3 \times N_A / S$$

donde N_A es el área estimada para una señal correspondiente a tres veces la altura del ruido, N_{usuario} es la altura del ruido (medida por el usuario), A es el área del pico a baja concentración, H es la altura del pico a baja concentración y S es la pendiente de la recta de calibrado.

(v) Cálculo basado en la relación señal/ruido (proporcionada por el software), en el que dicho valor de S/N para una muestra de baja concentración se utiliza para establecer de manera proporcional la concentración mínima a la

que el analito se puede detectar con seguridad estableciendo una relación señal/ruido de 3.

$$\text{LOD} = 3 \times C / (S/N)_{\text{software}}$$

donde C es la concentración baja de la muestra y $(S/N)_{\text{software}}$ es la relación señal/ruido (proporcionada por el software).

(vi) Cálculo basado en la relación señal/ruido (proporcionada por el software). Usando muestras de baja concentración, la altura del ruido se calcula a partir de la altura del pico y de la relación señal/ruido proporcionada por el software. A continuación se estima el valor del área para una señal correspondiente a tres veces la altura de dicho ruido y este valor se representa en la recta de calibrado para obtener un valor de concentración basado en la pendiente.

$$N_{\text{software}} = S / (S/N)_{\text{software}}$$

$$N_A = 3 \times N_{\text{software}} \times A / H$$

$$\text{LOD} = 3 \times N_A / S$$

donde N_{software} es la altura del ruido (proporcionada por el software), $(S/N)_{\text{software}}$ es la relación señal/ruido (proporcionada por el software), N_A es el área estimada para una señal correspondiente a tres veces la altura del ruido, A es el área del pico a baja concentración, H es la altura del pico a baja concentración y S es la pendiente de la recta de calibrado.

(vii) Cálculo obtenido de manera experimental o cálculo basado en una evaluación visual, en el que se emplean muestras de concentraciones conocidas para calcular el LOD del analito. El LOD se establece a la concentración más baja a la que el analito se puede detectar con seguridad.

Para los valores de LOD que se calcularon a partir de la desviación estándar, métodos (i) y (ii), se hicieron cinco análisis repetidos a partir de los cuales se obtuvo el valor de la desviación estándar. Cuando se usó un método basado en el ruido medido por el usuario, métodos (iii) y (iv), el valor del ruido se estableció manualmente.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se estudiaron diferentes condiciones experimentales tanto del proceso de derivatización como del método instrumental en GC-MS para obtener la mejor separación (rampas de temperatura, temperatura del inyector, etc.) y la mayor respuesta de señal (tipo de ionización, características de fragmentación...) de los analitos de interés en todos los sistemas empleados.

• Optimización de los parámetros del espectrómetro de masas

Con el fin de estudiar la detección de los analitos, los patrones se derivatizaron con MSTFA siguiendo el método de Langel y col. (2011), previamente aplicado para la mayoría de los analitos objeto de estudio en este trabajo. La cocaína y el cocaetileno no se derivatizaron porque no poseen grupos funcionales derivatizables en sus estructuras. La benzoilecgonina y el THC aceptaron un grupo trimetilsilil cada una, el cual sustituye los grupos hidroxilo. La morfina presenta dos puntos de derivatización al poseer dos grupos hidroxilo. La **Figura 1A** muestra las estructuras químicas y los espectros de masas de los compuestos estudiados después de la derivatización en el modo de ionización EI. A la vista de los espectros producidos, se seleccionaron diferentes iones para los análisis en SIM y MRM. Como se puede ver en la **Tabla 1**, en casi todos los casos se seleccionaron los iones moleculares por ser muy selectivos. Sólo se descartó el ion molecular de la benzoilecgonina en MRM, ya que dicho ion mostraba muy poca abundancia. En este caso, se seleccionó el ion m/z 240 como ion precursor para las tres transiciones. Se seleccionaron además otros iones característicos y abundantes para SIM y MRM con el fin de tener, al menos, dos de ellos para cada compuesto. La **Tabla 1** también muestra los iones cuantitativos y cualitativos (SIM) y las transiciones cuantitativas y

cualitativas (MRM), las relaciones de iones y transiciones y las energías de colisión seleccionadas después de la optimización de las mismas. La energía en la celda de colisión para los experimentos en MRM se optimizó para todas las transiciones, con el fin de obtener la máxima sensibilidad. Primero se estudiaron las energías en un intervalo de 5 a 30 eV (5, 10, 15, 20, 25 y 30 eV). Después, se hizo una optimización más detallada en un intervalo de 8 eV, de uno en uno, alrededor de la energía que había proporcionado la señal más intensa. En la **Figura 2** se muestran los gráficos para cada transición donde se representan las áreas de pico obtenidas a las diferentes energías estudiadas. A partir de esta información, la energía de colisión que proporcionó el área de pico más grande se escogió como la óptima para cada transición. La **Figura 1B** muestra los espectros de los compuestos cuando se usó el modo de ionización PCI. Estos espectros fueron más sencillos que los que se obtuvieron con el modo EI, mostrando sólo uno o dos iones mayoritarios, debido a la baja energía de ionización del modo PCI. Como se puede ver en esta figura, la ionización de estos compuestos produjo iones $[M+H]^+$ y $[M+C_2H_5]^+$ en todos los casos: cocaína (m/z 304 and 332), cocaetileno (m/z 318 and 346), benzoilecgonina (m/z 362 and 390), THC (m/z 387 and 415), morfina (m/z 430 and 458). Sin embargo, los iones $[M+C_2H_5]^+$ fueron menos abundantes que los iones $[M+H]^+$ y sólo se seleccionó el ion $[M+C_2H_5]^+$ en el caso del THC (véase la **Tabla 1**).

Tabla 1. Iones m/z seleccionados y ratios iónicos para el análisis de las drogas y metabolitos estudiados empleando distintos equipos y condiciones.

	EI-Q(SIM)		EI-QqQ(SIM)		EI-QqQ (MRM)				PCI-Q(SIM)	
	Iones seleccionados (m/z)	Ratio iónico ^a	Iones seleccionados (m/z)	Ratio iónico ^a	Iones precursores (m/z)	Iones producto (m/z)	Energía de colisión (eV)	Ratio de transiciones ^b	Iones seleccionados (m/z)	Ratio iónico ^a
COC	182	5,24 ± 0,18	182	4,51 ± 0,55	182	82	8	-	304	1,13 ± 0,10
	303		303		182	91	16	2,77 ± 0,27	182	
					303	82	18	3,47 ± 0,28		
CET	196	4,80 ± 0,22	196	5,90 ± 0,35	196	82	10	-	318	1,29 ± 0,10
	317		317		196	91	17	3,31 ± 0,16	196	
					317	82	19	3,00 ± 0,12		
BEN	240	3,58 ± 0,22	240	5,02 ± 0,41	240	82	13	-	362	1,62 ± 0,25
	361		361		240	108	9	3,22 ± 0,15	240	
					240	150	9	4,69 ± 0,18		
THC	371	1,48 ± 0,13	371	1,27 ± 0,02	386	371	12	-	387	2,54 ± 0,30
	315		315		315	219	14	2,43 ± 0,26	371	
	386	1,15 ± 0,07	386	1,53 ± 0,02	371	289	14	2,40 ± 0,26	415	
MOR	429	1,49 ± 0,33	236	1,26 ± 0,04	236	146	10	-	414	1,82 ± 0,24
	146		146		146	118	11	1,58 ± 0,08	340	
	236	1,10 ± 0,08	429	1,02 ± 0,07	429	220	21	3,92 ± 0,09	430	

COC, cocaína; CET, cocaetileno; BEN, benzoilecgonina; THC, Δ^9 -tetrahidrocannabinol; MOR, morfina.

^a Área del pico del ion cuantitativo dividida por el área del pico del ion cualitativo. n=5. Calculado para concentraciones de 1 $\mu\text{g/mL}$ de cada analito.

^b Área del pico de la transición cuantitativa dividida por el área del pico de la transición cualitativo. n=5. Calculado para concentraciones de 1 $\mu\text{g/mL}$ de cada analito.

El primer ion seleccionado de cada analito y la primera transición de cada analito son los iones cuantitativos y las transiciones cuantitativas, mientras que el resto se usaron como iones cualitativos y transiciones cualitativas.

Figura 1. Estructuras de los compuestos y sus espectros de masas obtenidos después de la derivatización en A) modo de ionización EI y B) modo de ionización PCI. RA, abundancia relativa.

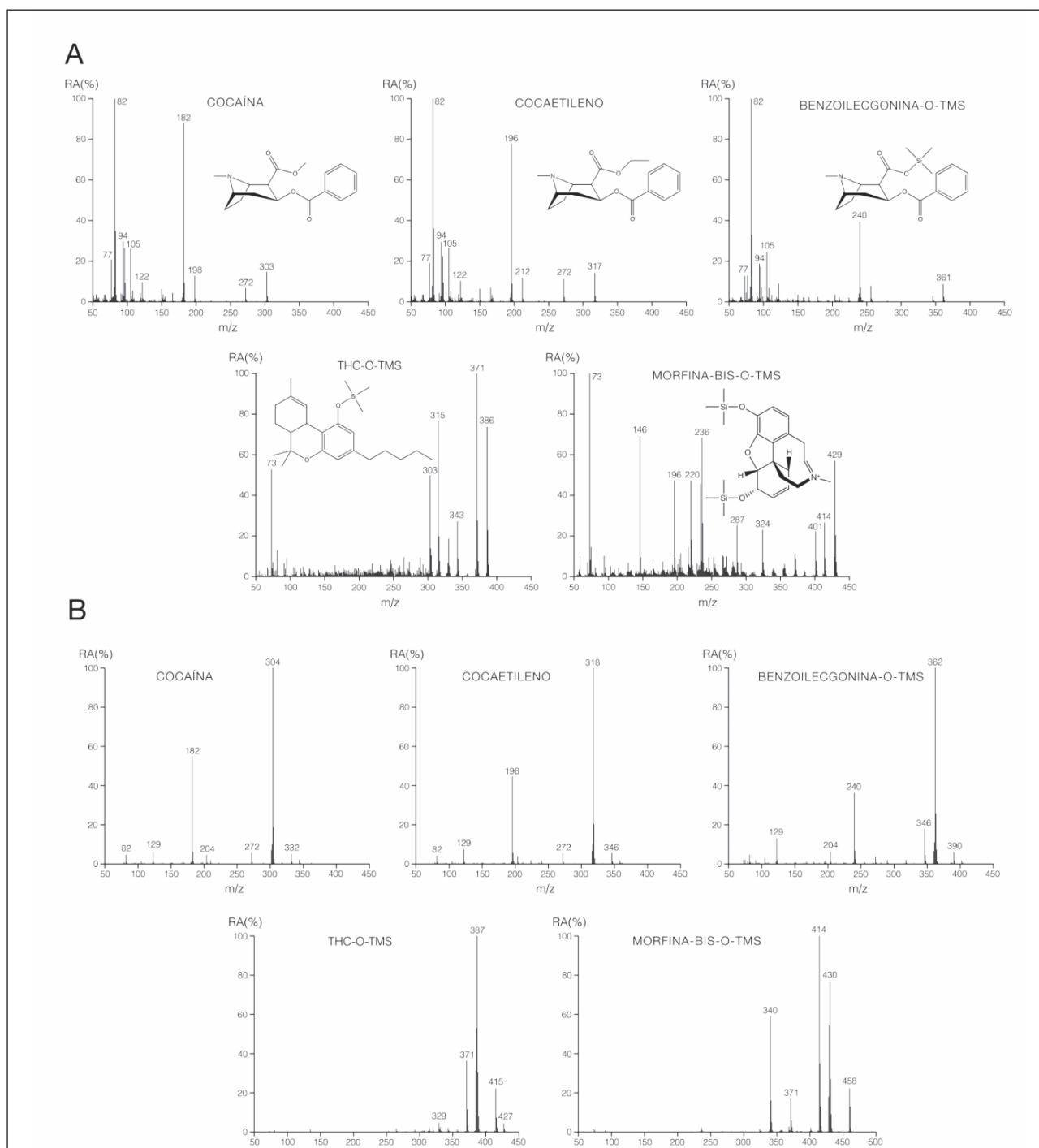
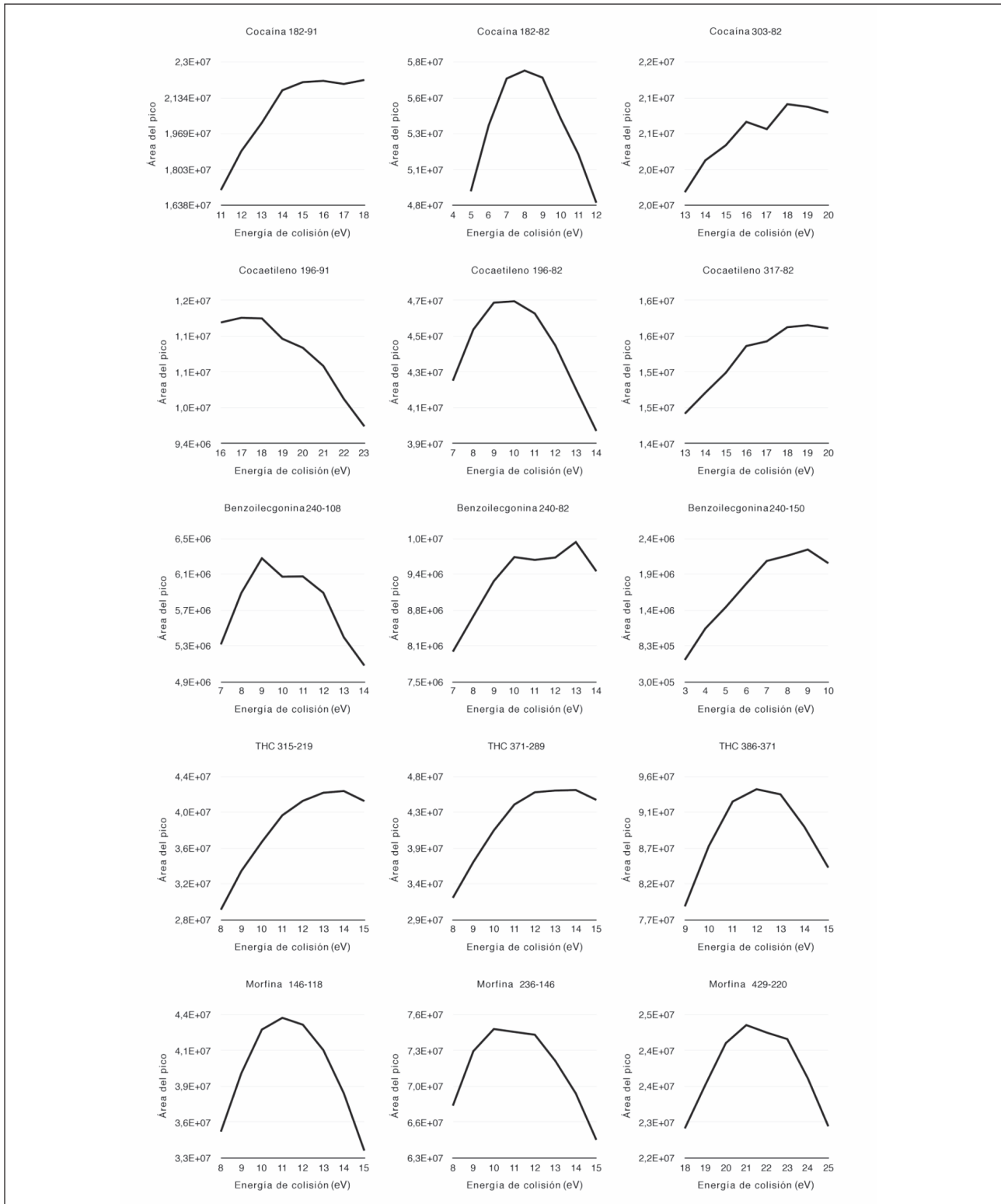


Figura 2. Estudio de las energías en la celda de colisión para los cinco compuestos estudiados y para las diferentes transiciones estudiadas.



- Optimización de la separación cromatográfica

Las condiciones de separación para los analitos se estudiaron usando el equipo de triple cuadrupolo en el modo MRM explicado en la sección anterior. Los compuestos se derivatizaron previamente siguiendo el método descrito en la bibliografía por Langel y col. (2011). La **Figura 3** muestra un cromatograma típico de un experimento en MRM con todas las transiciones (ver la **Tabla 1** para más detalles). El cromatograma corresponde a la separación de las cinco drogas y metabolitos que se estudiaron en este trabajo en las condiciones seleccionadas. El incremento rápido de la temperatura en la primera rampa permitió que la cocaína eluyera en solo 5,7 min. A continuación, con el fin de conseguir la separación del cocaetileno y la benzoilecgonina, se programó un incremento de temperatura suave, de 1 °C/min, desde 260 °C hasta 264 °C. Después, la temperatura se pudo volver a incrementar rápidamente para acelerar la elución del THC y la morfina. Como era de esperar, no se observaron diferencias en la resolución ya que la columna y las con-

diciones de separación empleadas fueron las mismas. Es destacable la baja intensidad del ruido obtenido en los experimentos en MRM. Esta es una de las características de la espectrometría de masas en tándem en la que se eliminan la mayoría de los iones, incluyendo los iones de la matriz, antes de que alcancen el detector, lo que proporciona cromatogramas muy limpios. La **Figura 4** ejemplifica esto con dos cromatogramas en los que se ha detallado el ruido de la línea base registrando en modo SIM (Fig. 4A) y en modo MRM (Fig. 4B). El cromatograma registrado en modo MRM muestra un máximo de ruido seis órdenes de magnitud más bajo, siendo casi cero la mayor parte del tiempo.

- Optimización de las condiciones de derivatización

El proceso de derivatización también se estudió con el fin de obtener la máxima señal para todos los compuestos. En la bibliografía se pueden encontrar varios procesos de derivatización para suprimir los puntos activos para el análisis por GC. Entre ellos, la sililación de grupos polares con

Figura 3. Separación cromatográfica de cocaína (COC), cocaetileno (CET), benzoilecgonina (BEN), Δ 9-tetrahidrocannabinol (THC) y morfina (MOR), todos a 10 μ g/mL, en las condiciones seleccionadas.

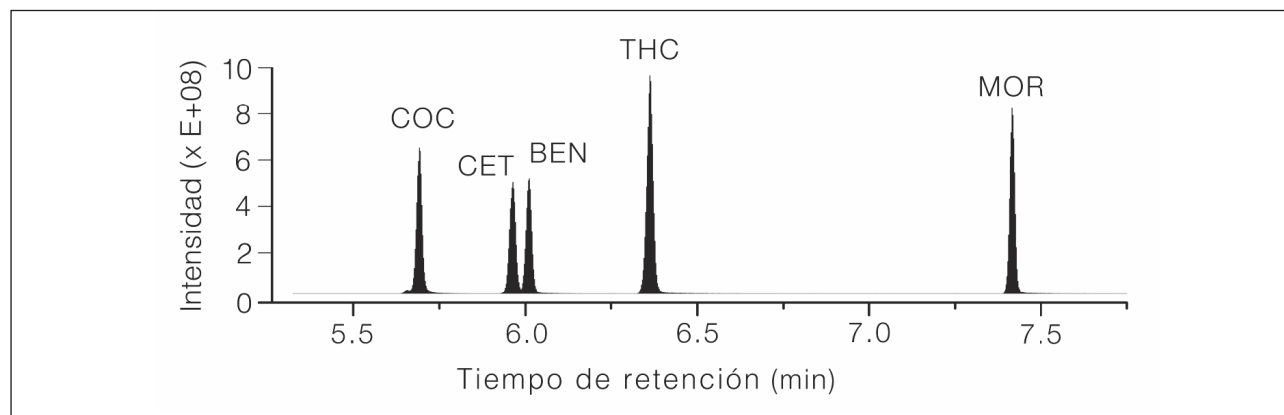
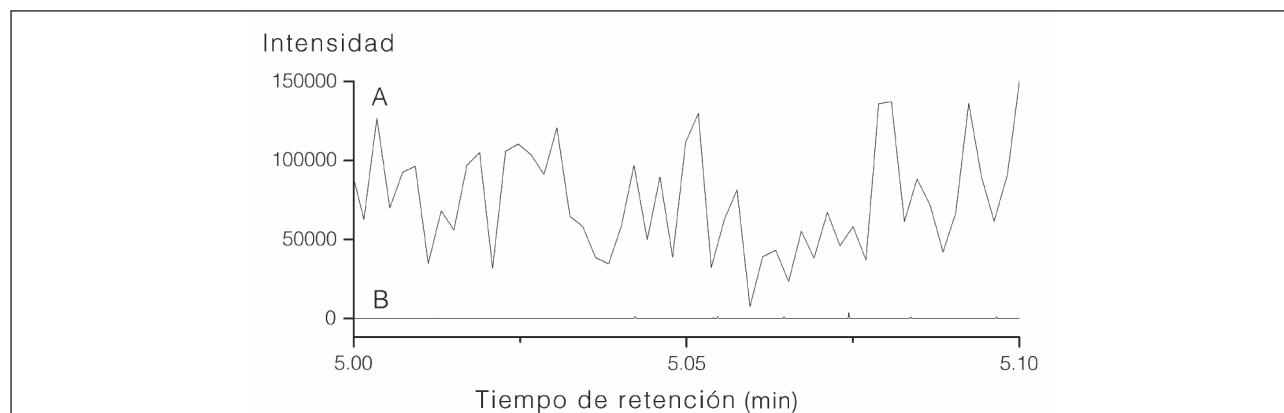


Figura 4. Comparación del nivel del ruido en SIM (A) y MRM (B).



MSTFA resulta muy sencillo en la práctica, ya que sólo se requiere el secado de la muestra, la adición del agente derivatizante y la posterior aplicación de calor. El MSTFA se puede usar para derivatizar varios tipos diferentes de compuestos y en la bibliografía se pueden encontrar protocolos muy variados para este propósito (Nehela y col., 2016; Dell'Acqua y col., 2013; Gaudreau y col., 2016; Purschke y col., 2016). Por esta razón, se estudió la derivatización de las drogas y los metabolitos con MSTFA combinando dos tiempos diferentes (30 min y 60 min) y dos temperaturas diferentes (80 °C y 100 °C). Los resultados obtenidos se muestran en la **Figura 5**. En general los mejores resultados se obtuvieron cuando la derivatización se llevó a cabo a 100 °C durante 30 min, excepto para la benzoilecgonina que mostró la señal más alta cuando la derivatización se realizó durante 60 min a esta temperatura. Por tanto, se seleccionó la derivatización a 100 °C durante 30 min como la óptima para el conjunto de compuestos y se utilizó en los siguientes experimentos.

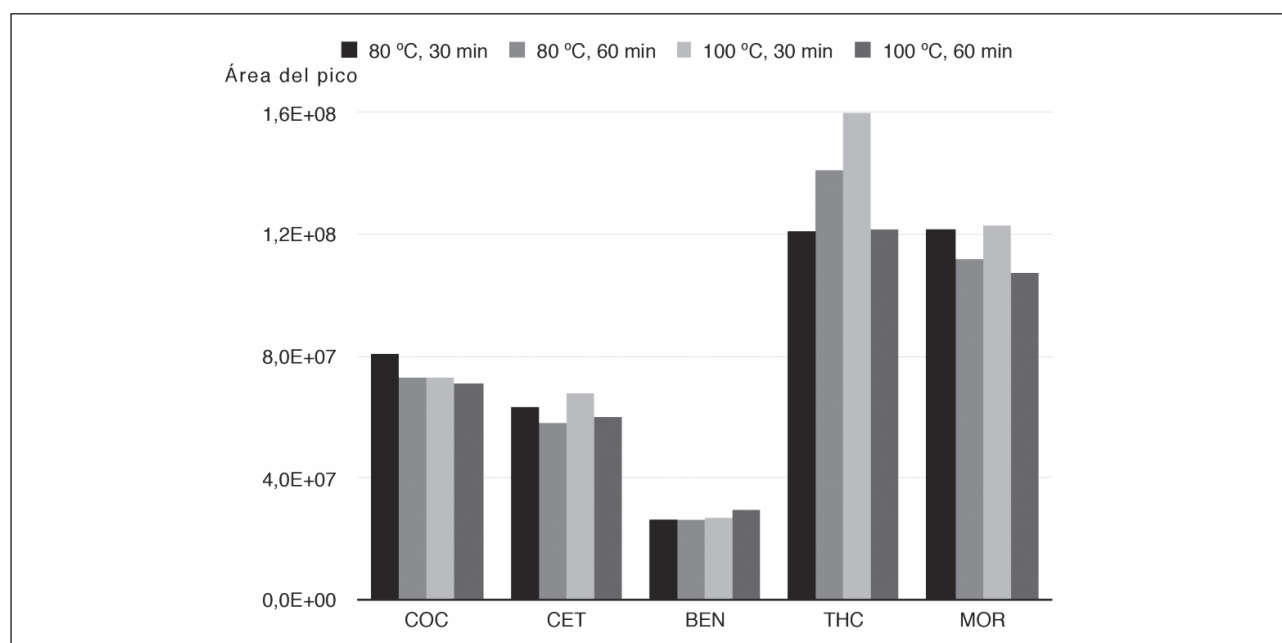
• *Optimización del proceso de inyección en el sistema PTV*

El sistema de GC-QqQ MS empleado estaba equipado con un inyector PTV que permite trabajar en diferentes modos de inyección. Los modos estudiados fueron: modo de temperatura constante (CT), en el que la temperatura permanece constante durante la fase de transferencia; modo de temperatura constante con pulso de presión, que fuerza a los analitos a entrar en la columna; PTV, en el que la temperatura durante la fase de transferencia se puede programar; y PTV con control de la presión de transferencia. La **Tabla 2** muestra las diferentes condiciones de los modos de inyección usados para esta comparativa. Se seleccionó la misma presión en el modo PTV con control de presión y en el modo de temperatura constante con pulso de presión, con la intención de poder comparar ambos modos.

Tabla 2. Condiciones de temperatura y presión en el inyector en los diferentes tipos de inyección usados. CT, temperatura constante; PTV, vaporización a temperatura programada.

	Temperaturas del puerto de inyección		Presión del puerto de inyección
	Inicial (°C)	Programación	Presión (KPa)
CT	320	-	-
PTV	130	14,5 °C/s hasta 320 °C, 2 min	-
PTV con pulso de presión	130	14,5 °C/s hasta 320 °C, 2 min	150
CT con pulso de presión	320	-	150

Figura 5. Estudio del proceso de derivatización. Cocaina (COC), cocaetileno (CET), benzoilecgonina (BEN), Δ 9-tetrahidrocannabinol (THC) y morfina (MOR).



Como se puede observar en la **Figura 6**, con el modo PTV se obtuvieron las señales más altas de los analitos. Comparado con el PTV, con el modo de temperatura constante se obtuvieron señales hasta un 42% más bajas. El modo PTV con control de la presión mostró también una buena respuesta, en general, aunque la señal de la benzoilecgonina bajó hasta el 73%. El modo de temperatura constante con pulso de presión también produjo señales bajas, hasta un 48%, comparadas con el modo PTV. Por lo tanto, se seleccionó el modo PTV como modo de inyección óptimo para el equipo de triple cuadrupolo en los siguientes análisis.

- *Características analíticas de las diferentes configuraciones y modos de trabajo en GC-MS estudiados*

Los valores de r^2 obtenidos para el ajuste de los datos a una regresión lineal fueron satisfactorios (0,9881-0,9994), mostrando que los datos se ajustaban bien a sus respectivas rectas. Estos valores fueron menores con la configuración EI-QqQ(MRM). Esto se explica por el número de componentes del espectrómetro de masas que están involucrados en el análisis cuando se trabaja en MRM. En este caso, un primer cuadrupolo, la celda de colisión y un tercer cuadrupolo trabajan simultáneamente, mientras que en SIM sólo participa un cuadrupolo. El mayor número de componentes involucrados en el análisis de masas hace que la variabilidad sea algo mayor, al igual que la dispersión de los datos obtenidos.

Se obtuvieron buenos valores de repetibilidad en los análisis realizados, con valores de RSD inferiores al 10% (**Tabla 3**). Es de reseñar que los valores obtenidos con la configuración EI-QqQ(MRM) y con la concentración más baja fueron mayores que los valores obtenidos con otras configuraciones. Como se ha explicado, el uso simultáneo de más componentes del espectrómetro de masas en MRM que en SIM lleva a una mayor variabilidad de los datos registrados.

Los resultados de la precisión intermedia mostraron también una buena consistencia en los datos obtenidos a lo largo de los días de análisis (RSD<14%). Una vez más, la variabilidad de los datos obtenidos con la configuración EI-QqQ(MRM) fue mayor que cuando se trabajó con la configuración EI-QqQ(SIM), por las razones ya explicadas. Además, la variabilidad de los datos fue menor con las muestras del nivel de concentración más bajo.

Se estudió también la precisión intermedia durante 5 días no consecutivos a lo largo de una semana con la configuración PCI-Q(SIM) y el detector configurado en modo "Absolute". De acuerdo al manual del software del equipo de cuadrupolo sencillo utilizado, la sensibilidad del detector se puede ajustar en diferentes modos. Los factores de ganancia ("Gain factors", en inglés) tienen la ventaja de no variar a medida que el electromultiplicador

Figura 6. Estudio de la eficacia de diferentes procesos de inyección. CT, temperatura constante; PTV, vaporización a temperatura programada.

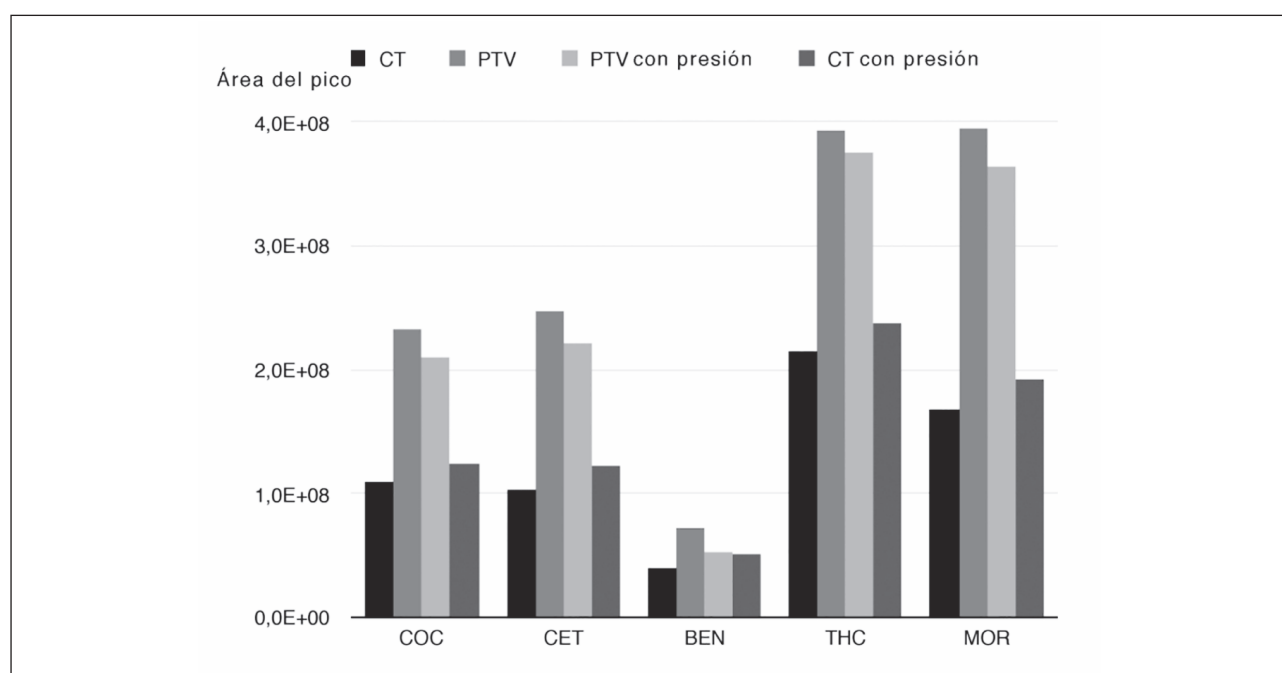


Tabla 3. Linealidad, repetibilidad y precisión intermedia para cada una de las drogas y metabolitos estudiados.

	Repetibilidad ^a 0,1 µg/mL	Repetibilidad ^a 1 µg/mL	Precisión intermedia a 0,1 µg/mL (%RSD) ^b	Precisión intermedia a 1 µg/mL (%RSD) ^b
EI-QqQ (MRM)				
COC	8,1	5,5	11	8,5
CET	10	2,3	14	9,7
BEN	8,9	3,2	12	10
THC	4,5	4,7	9,9	7,8
MOR	3,8	5,0	10	8,4
EI-QqQ (SIM)				
COC	4,6	4,9	6,1	7,9
CET	7,4	7,6	8,8	6,9
BEN	4,6	5,6	7,4	6,7
THC	1,0	1,8	6,1	6,7
MOR	1,8	2,4	5,5	6,6
EI-Q (SIM)				
COC	4,5	4,5	6,1	2,4
CET	4,6	6,4	9,0	2,1
BEN	4,2	4,6	7,5	6,5
THC	3,9	4,5	5,2	7,6
MOR	2,6	2,1	8,9	5,7
PCI-Q (SIM)				
COC	1,8	4,5	4,8 (12) ^c	5,6 (13) ^c
CET	3,2	3,1	3,1 (9,5) ^c	2,6 (14) ^c
BEN	3,4	6,1	6,2 (4,9) ^c	4,4 (16) ^c
THC	5,0	4,1	5,5 (6,4) ^c	2,4 (14) ^c
MOR	2,7	3,8	5,5 (7,3) ^c	5,2 (8,7) ^c

COC, cocaína; CET, cocaetileno; BEN, benzoilecgonina; THC, Δ9-tetrahidrocannabinol; MOR, morfina.

^a n=5

^b n=5 días no consecutivos en una semana.

^c Los números entre paréntesis se obtuvieron en análisis en los que el detector se configuró en modo Absolute.

(EM) envejece y producen mucha mejor reproducibilidad en la señal en un equipo y mejor consistencia entre equipos. El EM se puede configurar también en otros modos (“Relative” y “Absolute”), que no ofrecen estas ventajas. Los resultados se compararon con los obtenidos en los experimentos anteriores con el EM configurado en modo de ganancia (modo “Gain factor”) y se muestran en la **Tabla 3**. Los valores en paréntesis fueron los obtenidos a partir de los experimentos en modo “Absolute” y fueron, en general, mucho más altos que los obtenidos en modo “Gain factor” (los valores sin paréntesis). Algunos de esos valores podrían ser incluso considerados como inaceptables, en ciertos casos. Por lo tanto, parece claro que la precisión de los datos mejora mucho cuando el EM está configurado en modo “Gain factor” y se recomienda su uso. En el equipo de triple cuadrupolo, la ganancia del

EM está fijada por defecto en 300.000 en el modo SIM y en 2.000.000 en el modo MRM.

Los valores de LOD se obtuvieron mediante los siete métodos explicados en la parte experimental de este trabajo. En todos los análisis se usó una concentración de 0,1 µg/mL, por ser una concentración suficientemente baja para todos los analitos. La **Tabla 4** muestra estos resultados, y se pueden observar importantes diferencias en los valores de LOD, dependiendo del método empleado para su cálculo. Estas diferencias también dependieron en gran parte de la configuración usada para los análisis. En realidad, los espectrómetros de masas actuales proporcionan unas relaciones señal/ruido altísimas, comparadas con los espectrómetros de hace 15 años. Esto hace que frecuentemente sea muy difícil realizar compa-

Tabla 4. Valores de LOD (ng/mL) calculados usando diferentes métodos.

	(i)3 x SD (proporcional) ^a	(ii)3 x SD (recta de calibrado) ^a	(iii)S/N (3:1) (proporcional)	(iv)3 x noise (recta de calibrado)	(v)Software S/N (3:1) (proporcional)	(vi)Software 3 x noise (recta de calibrado)	(vii) Experimental
EI-QqQ(MRM)							
COC	24	13	2,7	1,9	0,0019	0,00011	11
CET	30	19	10	6,8	0,0065	0,00034	8,0
BEN	27	15	4,4	3,0	0,0011	0,000075	12
THC	14	125	4,7	3,4	0,00027	0,000013	5,0
MOR	11	11	1,2	1,6	0,00041	0,000034	4,0
EI-QqQ(SIM)							
COC	14	12	5,4	5,8	0,48	0,14	6,0
CET	22	17	11	9,2	0,72	0,083	10
BEN	14	8,4	6,9	4,4	0,65	0,078	8,0
THC	2,9	4,6	6,1	8,0	0,20	0,068	2,0
MOR	5,5	6,8	7,3	11	0,52	0,31	4,0
EI-Q(SIM)							
COC	13	6,0	12	4,8	1,4	0,55	7,0
CET	14	5,6	17	6,1	1,2	1,1	5,0
BEN	12	4,9	13	4,1	1,8	0,61	4,0
THC	12	4,1	9,4	3,6	1,2	0,73	2,0
MOR	7,9	1,8	19	5,5	3,4	1,4	5,0
PCI-Q(SIM)							
COC	5,5	4,6	88	82	45	25	20
CET	9,6	9,1	75	68	40	21	25
BEN	10	9,9	60	53	17	13	40
THC	15	13	24	23	9,1	8,7	15
MOR	8,0	8,0	41	40	13	11	10

COC, cocaína; CET, cocaetileno; BEN, benzoilecgonina; THC, Δ^9 -tetrahidrocannabinol; MOR, morfina.

^a Calculado como 3 veces la SD a 0,1 $\mu\text{g/mL}$; n=5

razones entre diferentes configuraciones, ya que la intensidad del ruido es, a menudo, muy cercana a cero, especialmente en espectrómetros de alta resolución o en espectrometría de masas en tándem. De hecho, en los últimos años se viene discutiendo la lógica de usar la relación señal/ruido como una medida para evaluar la eficacia en MS (Wells y col., 2011; Sheehan y Yost, 2015). En general, los valores de LODs obtenidos con los métodos que usan la desviación estándar (métodos i y ii) fueron mayores que los que usan la relación señal/ruido o tres veces la altura del ruido (métodos iii-vi). Únicamente en el caso de la configuración PCI-Q(SIM) la situación fue la contraria. Esto se debe a la baja intensidad de la señal de los analitos obtenida con este tipo de ionización, que da valores de relación señal/ruido mucho más pequeños que en EI. Los valores de LODs obtenidos con PCI con métodos basados en el ruido fueron los más altos, siendo incluso más altos que los valores que se calcularon experimentalmente (método vii). Se puede deducir de estos

resultados que unas concentraciones muy bajas o un método analítico que proporcione unas intensidades de señal pobres dará lugar a valores más bajos de LODs si se usa un método para su cálculo basado en la desviación estándar, en lugar del basado en el ruido. Este es el caso de la configuración PCI-Q(SIM). Por el contrario, en el caso de concentraciones más altas o de equipos con mayor intensidad de señal, los valores de LODs más bajos se obtendrán usando la relación señal/ruido o tres veces la altura del ruido en lugar de la desviación estándar, como en las configuraciones que usaron EI.

El software para análisis de datos usa la relación señal/ruido para calcular el LOD (métodos v y vi). Por esta razón, los valores obtenidos con la configuración PCI-Q(SIM) fueron otra vez los valores más altos de este grupo. Estos programas tienden a coger valores de alturas de ruido de las partes con menos ruido de los cromatogramas. Por lo tanto, los valores de LOD calculados por soft-

ware son, de lejos, los valores de LOD más bajos que el analista puede obtener, aunque también son los valores que más distan de una situación real. Por ejemplo, debido al ruido tan bajo obtenido en los análisis de MRM, los LODs obtenidos en estos análisis fueron tremendamente bajos (hasta 10 pg/mL), siendo hasta siete órdenes de magnitud más bajos que los valores obtenidos experimentalmente. La inyección de una muestra con concentraciones tan bajas no muestra ningún pico que se pueda medir. Se use el método que se use, es muy importante que siempre se explique de qué manera se han calculado estos valores (*Wells y col., 2011; Sheehan y Yost, 2015*).

Para finalizar, la mayoría de los valores calculados a partir de una recta de calibrado fueron menores que los que se calcularon de manera proporcional y, en general, más cercanos a los valores obtenidos de manera experimental. En nuestra opinión, el cálculo de LODs basado en la evaluación visual (método vii) es el método que proporciona los valores más realistas, desde un punto de vista experimental, ya que es el que da una medida más fiel de la concentración mínima de analito que se puede detectar con seguridad. Con este método, el analista hace frente a una situación real en la que es posible determinar, en una muestra real, esa concentración mínima a la que el analito se puede detectar con seguridad.

CONCLUSIONES

En este artículo se han comparado diferentes modos de trabajo en distintos equipos GC-MS para la identificación y cuantificación de cocaína, cocaetileno, benzoilecgonina, morfina y THC. Como se esperaba, modos de trabajo diferentes mostraron diferencias en la respuesta de los analitos. La derivatización con MSTFA resultó ser efectiva y las mejores condiciones fueron 100 °C durante 30 min. Se obtuvieron mejores sensibilidades con el inyector en modo PTV que en modo de temperatura constante.

La complejidad de la etapa de espectrometría de masas afecta a la linealidad y a la precisión de los datos, como se muestra en los resultados obtenidos con la configuración EI-QqQ(MRM). Cuando se empleó una configuración trabajando en SIM, ya sea con un cuadrupolo sencillo o triple, se obtuvieron mejores valores de repetibilidad que con la configuración EI-QqQ(MRM), aunque los LOD de este último son más bajos. En general, no se observaron diferencias importantes en las características analíticas de las configuraciones EI-QqQ(SIM) y EI-Q(SIM). El estudio comparativo de los diferentes modos de calcular LODs mostró diferencias notables en los

valores obtenidos para los mismos analitos y en los mismos equipos. Estos resultados mostraron que un valor de LOD depende en gran medida de la concentración de la muestra y de la respuesta del método analítico que a su vez depende de la configuración utilizada. Si la relación señal/ruido es grande, un método de cálculo que usa la desviación estándar proporcionará valores de LOD más bajos que si se usa un método basado en la intensidad del ruido. Sin embargo, cuando la relación señal/ruido es más baja, se obtendrán mejores valores de LOD con un método basado en la intensidad del ruido. Por otro parte, hay que tener en cuenta que los valores de ruido proporcionados por los espectrómetros de masas actuales son tan bajos que, en ocasiones, la comparación de diferentes espectrómetros no es posible. De hecho, utilizar la relación señal/ruido en espectrometría de masas se considera, a menudo, como algo sin demasiado sentido. En cualquier caso, la decisión de qué método usar para calcular LODs va a depender del analista, ya que todos ellos se aceptan como válidos.

Finalmente, cabe señalar que en el caso del análisis de material incautado o de muestras biológicas se deberían tener en cuenta además otras consideraciones como son la presencia de adulteraciones y posibles efectos matriz, respectivamente.

AGRADECIMIENTOS

Jorge Sáiz agradece a Belén Gómara el haber puesto a su entera disposición toda la instrumentación científica necesaria para llevar a cabo este trabajo, así como todo el tiempo invertido y la ayuda prestada durante la realización del mismo.

REFERENCIAS

- Baciú, T., Borrull, F., Aguilar, C., Calull, M. “Recent trends in analytical methods and separation techniques for drugs of abuse in hair”. *Analytica Chimica Acta* (2015). 856, 1–26.
- Cognard, E., Bouchonnet, S., Staub, C. “Validation of a gas chromatography—Ion trap tandem mass spectrometry for simultaneous analyse of cocaine and its metabolites in saliva”. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* (2006). 41, 925–934.
- Cognard, E., Rudaz, S., Bouchonnet, S., Staub, C. “Analysis of cocaine and three of its metabolites in hair by gas chromatography-mass spectrometry using ion-trap detection for CI/MS/MS”. *Journal of Chromatography B* (2005). 826, 17–25.
- Cordero, R., Paterson, S. “Simultaneous quantification of

- opiates, amphetamines, cocaine and metabolites and diazepam and metabolite in a single hair sample using GC-MS". *Journal of Chromatography B* (2007). 850, 423-431.
- Dell'Acqua, L., Roda, G., Arnoldi, S., Rusconi, C., Turati, L., Gambaro, V. "Improved GC method for the determination of the active principles of *Catha edulis*". *Journal of Chromatography B* (2013). 929, 142-148.
 - DePriest, A. Z., Puet, B. L., Holt, A. C., Roberts, A., Cone, E. J. "Metabolism and disposition of prescription opioids: a review". *Forensic Science Review* (2015). 27, 115-145.
 - Emidío, E. S., Patra, V. D., Dorea, H. S. "Validation of an analytical method for analysis of cannabinoids in hair by headspace solid-phase microextraction and gas chromatography-ion trap tandem mass spectrometry". *Analytica Chimica Acta* (2010). 670, 63-71.
 - European Medicines Agency. "ICH Topic Q 2 (R1) Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology" (1995).
 - European Monitoring Centre for Drugs and Drug Addiction. "European Drug Report - Trends and Developments". (2015).
 - European Monitoring Centre for Drugs and Drug Addiction. "Spain Country Overview". <http://www.emcdda.europa.eu/countries/spain> (visitado por última vez en Octubre de 2016).
 - Favretto, D., Vogliardi, S., Stocchero, G., Nalesso, A., Tucci, M., Ferrara, M. "High performance liquid chromatography-high resolution mass spectrometry and micropulverized extraction for the quantification of amphetamines, cocaine, opioids, benzodiazepines, antidepressants and hallucinogens in 2.5 mg hair samples". *Journal of Chromatography A* (2011). 1218, 6583-6595.
 - Gambelunghe, C., Somavilla, V., Ferranti, C., Rossi, R., Aroni, K., Manes, N., Bacci, M. "Analysis of anabolic steroids in hair by GC/MS/MS". *Biomedical Chromatography* (2007). 21, 369-375.
 - Gaudreau, E., Berube, R., Bienvenu, J. F., Fleury, N. "Stability issues in the determination of 19 urinary (free and conjugated) monohydroxy polycyclic aromatic hydrocarbons". *Analytical and Bioanalytical Chemistry* (2016). 408, 4021-4033.
 - Konstantinova, S. V., Normann, P. T., Arnestad, M., Karinen, R., Christophersen, A. S., Morland, J. "Morphine to codeine concentration ratio in blood and urine as a marker of illicit heroin use in forensic autopsy samples". *Forensic Science International* (2012). 217, 216-221.
 - Langel, K., Gunnar, T., Ariniemi, K., Rajamaki, O., Lillsunde, P. "A validated method for the detection and quantitation of 50 drugs of abuse and medicinal drugs in oral fluid by gas chromatography-mass spectrometry". *Journal of Chromatography B* (2011). 879, 859-870.
 - Lopez-Quintero, C., Perez de los Cobos, J., Hasin, D. S., Okuda, M., Wang, S., Grant, B. F., Blanco, C. "Probability and predictors of transition from first use to dependence on nicotine, alcohol, cannabis, and cocaine: Results of the National Epidemiologic Survey on Alcohol and Related Conditions (NESARC)". *Drug and alcohol dependence* (2011). 115, 120-130.
 - Minoli, M., Angeli, I., Ravelli, A., Gigli, F., Lodi, F. "Detection and quantification of 11-nor-D9-tetrahydrocannabinol-9-carboxylic acid in hair by GC/MS/MS in Negative Chemical Ionization mode (NCI) with a simple and rapid liquid/liquid extraction". *Forensic Science International* (2012). 218, 49-52.
 - National Institute on Drug Abuse. <https://www.drugabuse.gov/drugs-abuse/cocaine> (visitado por última vez en Octubre de 2016).
 - Nehela, Y., Hijaz, F., Elzaawely, A. A., El-Zahaby, H. M., Killiny, N. "Phytohormone profiling of the sweet orange (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) leaves and roots using GC-MS-based method". *Journal of Plant Physiology* (2016). 199, 12-17.
 - Peters, F.T., Remane, D. "Aspects of matrix effects in applications of liquid chromatography-mass spectrometry to forensic and clinical toxicology—a review". *Analytical and Bioanalytical Chemistry* (2012). 403, 2155-2172.
 - Purschke, K., Heini, S., Lerch, O., Erdmann, F., Veit, F. "Development and validation of an automated liquid-liquid extraction GC/MS method for the determination of THC, 11-OH-THC, and free THC-carboxylic acid (THC-COOH) from blood serum". *Analytical and Bioanalytical Chemistry* (2016). 408, 4379-4388.
 - Sheehan, T. L., Yost, R. A. "What's the most meaningful standard for mass spectrometry: instrument detection limit or signal to noise ratio?". *LCGC* (2015). 13, 16-22.
 - Stokvis, E., Rosing, H., Beijnen, J. H. "Stable isotopically labeled internal standards in quantitative bioanalysis using liquid chromatography/mass spectrometry: necessity or not?". *Rapid Communications in Mass Spectrometry* (2005). 19, 401-407.
 - US Food & Drug Administration Office of Foods and Veterinary Medicine. "Guidelines for the validation of chemical methods for the FDA Program - 2nd Edition". (2015).
 - Wells, G., Prest, H., Russ IV, C. H. "Why use signal-to-noise as a measure of MS performance when it is often meaningless?". *LCGC* (2011). 9, 28-33.
 - Wu, Y. H., Lin, K. L., Chen, S. C., Chang, Y. Z. "Simultaneous quantitative determination of amphetamines, ketamine, opiates and metabolites in human hair by gas chromatography/mass spectrometry". *Rapid Communications in Mass Spectrometry* (2008). 22, 887-897.

NOTICIAS DE LA SECyTA

XVI REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA (45ª REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GCTA)

La XVI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (45ª Reunión Científica del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines) se celebró del 2 al 4 de noviembre de 2016 en Escuela Técnica Superior de Ingeniería Informática (ETSII) de la Universidad de Sevilla. La reunión fue organizada por el Grupo MOSS del Instituto de Recursos Naturales y Agrobiología del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (IRNAS-CSIC) siendo los Dres. José A. González-Pérez y José M^a de la Rosa-Arranz el chairman y co-chairman del evento y el Prof. Francisco J. González-Vila el chairman del Comité Científico.

Como viene siendo tradición en esta reunión se presentaron los últimos avances en técnicas analíticas de separación cromatográficas y afines, incluyendo desarrollos en fundamentos y quimiometría, biogeoquímica y medio ambiente, instrumentación, preparación de muestras, análisis clínicos y productos farmacéuticos, técnicas ómicas, análisis de alimentos, productos naturales, procesos y productos industriales y análisis isotópico, entre otros.

El congreso contó con 182 participantes, de los cuales 39 fueron estudiantes a los que se les concedió ayuda para su asistencia, fomentando así la formación científica de los más jóvenes.

El programa científico contó con 42 comunicaciones orales y 137 comunicaciones en formato de cartel, además de 12 comunicaciones flash de carteles seleccionados. Entre las comunicaciones orales son de destacar las 5 conferencias plenarios impartidas por destacados científicos españoles y extranjeros:

- “Advances in environmental chemistry linked to separation techniques development: my personal experience” **María José González Carlos**, Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
- “Analytical methods for the study of hydraulic fracturing fluids and waters”.
Earl Michael Thurman del Center for Environmental Mass Spectrometry (CEMS), University of Colorado (U.S.A.)
- “Effects of water stress on vine leaf surface waxes and wine VOCs: a GC-MS/FID and GC-IRMS study” **Jorge E. Spangenberg**, Institute of Earth Surface Dynamics (IDYST), University of Lausanne, Switzerland

- “UHPLC-MS-based metabolomics strategies to investigate known and novel fungal secondary metabolites” **Sarah De Saeger**, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Ghent University, Belgium
- “Tandem or high resolution mass spectrometry? That’s the question in environmental and food analysis” **Encarnación Moyano**, Facultad de Química, Universidad de Barcelona.

Asimismo, las conferencias impartidas por científicos jóvenes se agruparon en dos sesiones plenarios que resultaron de gran interés para todos los asistentes.

La Asamblea General de la SECyTA se celebró el día 3 por la tarde, donde tuvo lugar la concesión de becas y ayudas para la participación de estudiantes y jóvenes investigadores en este evento.

El congreso se acompañó de una exposición instrumental y algunos “Lunch Seminars” por parte de las casas comerciales especializadas como Agilent Technologies & LECO Instrumentation, Bruker Daltonics and Frontier Lab donde se presentaron las últimas novedades y avances científicos en instrumentación analítica.

Durante la ceremonia de clausura de la reunión, el día 4 de noviembre se hizo entrega de los *Premios “José Antonio García Domínguez”* (XII edición) patrocinados por Bruker Chemical Analysis a las comunicaciones orales y carteles más destacados a juicio de los jurados constituidos a tal efecto.

Destacar también el magnífico programa social que nos tenía preparado el Comité Organizador. Una visita privilegiada al Real Alcázar de Sevilla y una cena en un cortijo andaluz que fueron todo un éxito. Es necesario también mencionar la maravillosa actuación del coro que nos deleitó con sus magníficas voces, previa a un estupendo coctel celebrado en la Real Fábrica de Tabaco. Por último felicitar al Comité Organizador y en especial a los Dres. José A. González-Pérez, José M^a de la Rosa-Arranz y Francisco J. González-Vila por la gran labor desarrollada que permitió que el congreso fuera todo un éxito.

María Luz Sanz
Instituto de Química Orgánica General (CSIC, Madrid)

XII EDICIÓN PREMIOS JOSÉ ANTONIO GARCÍA DOMÍNGUEZ

En el marco de la XVI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) celebrada en Sevilla del 2 al 4 de noviembre de 2016 se otorgaron los premios José Antonio García Domínguez a las mejores comunicaciones orales y tipo cartel presentadas en dicha reunión. Como en anteriores ediciones, esta XII edición de los premios ha sido patrocinada por Bruker.

1^{er} Premio a la mejor Comunicación Oral (800 euros)

Comunicación: OJ-ENV-2

Título: UHPLC-API-MS/MS vs GC-MS FOR THE DETERMINATION OF SEMIVOLATILE FLUORINATED ORGANIC COMPOUNDS

Autores: *Juan Francisco Ayala Cabrera, Francisco Javier Santos Vicente, Encarnación Moyano Morcillo*
Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, University of Barcelona, Barcelona, Spain

2^o Premio a la mejor Comunicación Oral (600 euros)

Comunicación: OJ-CPA-2

Título: COUPLING MICELLAR ELECTROKINETIC CHROMATOGRAPHY WITH MASS SPECTROMETRY USING A VOLATILE SURFACTANT FOR THE THERAPEUTIC MONITORING OF BENZIMIDAZOLES IN ANIMAL URINE

Autores: *Carmen Tejada-Casado*⁽¹⁾, *David Moreno-González*⁽²⁾, *Francisco J. Lara*⁽¹⁾, *Monsalud del Olmo-Iruela*⁽¹⁾, *Ana M. García-Campaña*⁽¹⁾

⁽¹⁾ Department of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Granada, Granada, Spain.

⁽²⁾ Analytical Chemistry Research Group, Department of Physical and Analytical Chemistry, University of Jaén, Jaén (Spain)

1^{er} Premio al mejor Póster (400 euros)

Comunicación: P-CPA-11

Título: HIGH RESOLUTION MASS SPECTROMETRY FOR THE IDENTIFICATION OF *IN-VIVO* 5-MeO-MIPT METABOLITES IN MOUSE SERUM AND URINE

Autores: *D. Fabregat-Safont*⁽¹⁾, *M. Ibáñez*⁽¹⁾, *F. Martínez-García*⁽²⁾, *C. Agustín-Pavón*⁽²⁾, *A. Martín-Sánchez*⁽²⁾, *J.V. Sancho*⁽¹⁾, *F. Hernández*⁽¹⁾

⁽¹⁾ Research Institute for Pesticides and Water, University Jaume I, Castellon, Spain

⁽²⁾ Predepartamental Unit of Medicine, Faculty of Health Sciences, University Jaume I, Castellon, Spain

2^o Premio al mejor Póster (300 euros)

Comunicación: P-FA-36

Título: NANOFLOW LIQUID CHROMATOGRAPHY HIGH RESOLUTION MASS SPECTROMETRY FOR MULTI-RESIDUE ANALYSIS OF VETERINARY DRUGS IN FOOD SAMPLES OF ANIMAL ORIGIN

Autores: *J. Alcántara-Durán, David Moreno-González, Antonio Molina-Díaz, Juan F. García-Reyes*

Analytical Chemistry Research Group, Department of Physical and Analytical Chemistry, University of Jaén, Jaén (Spain)

La entrega de los premios tuvo lugar el día 4 de noviembre de 2016 durante la ceremonia de clausura de la XVI Reunión Científica de la SECyTA.

Juan Vicente Sancho
Secretario de la SECyTA

1^{er} Premio a la mejor Comunicación Oral

UHPLC-API-MS/MS vs GC-MS FOR THE DETERMINATION OF SEMIVOLATILE FLUORINATED ORGANIC COMPOUNDS

Juan Francisco Ayala Cabrera, Francisco Javier Santos Vicente, Encarnación Moyano Morcillo

Fluorotelomer olefins (FTOs), fluorotelomer alcohols (FTOHs), perfluorinated sulfonamides (FOSAs) and perfluorinated sulfonamide ethanol (FOSEs) are semivolatile fluorinated organic compounds partially or totally saturated by fluorine atoms. The study about FTOHs, FOSAs and FOSEs has been increased in the last years as a consequence of their distribution and mobility in the environment and their capability to be degraded into the persistent organic pollutant PFOA and PFOS [1]. However, there are few works reported about FTOs although it has been suggested their degradation to perfluorinated carboxylic acids (PFCAs) [2].

The non-ionic fluorinated compounds can be analyzed by GC-MS but some of them show retention and sensitivity problems due to the high volatility and ionization efficiency. In this work, we evaluate different strategies to improve both the chromatographic and ionization behavior of these compounds for their simultaneous determination by both GC-MS and UHPLC-MS.

The chromatographic separation of fluorinated compounds has been studied using different GC capillary columns. The low retention of some of them made necessary the careful selection of the sample solvent to avoid the peak overlapping. For instance, methanol, dichloromethane or methyl *tert*-butyl ether have been tested and methanol provided the best performance for all the compounds. The ionization behavior has also been studied using classical ionization techniques (EI, PCI and NICI) and the best performance was obtained when using EI as ionization source. Nevertheless, difficulties observed that may hinder the detectability by GC-MS are discussed in this work.

As alternative to the GC-MS determination, LC-MS was evaluated using APCI and APPI as ionization source for the analysis of the whole families of compounds. The effect of mobile phase composition (solvent and additives) on the response has been studied and the results indicated that APPI source showed the best sensitivity for FTOHs, FOSAs and FOSEs employing acetonitrile as organic solvent and a toluene post-column addition as dopant. Nevertheless, APCI showed the best sensitivity for FTOs, employing acetonitrile as organic modifier. Considering these results, chromatographic separation was optimized to provide a sensitive and selective LC-MS method as alternative to the GC-MS ones.

Both UHPLC-MS/MS and GC-MS methods were validated and evaluated their applicability to the determination of semivolatile fluorinated organic compounds in water and consumer products.

- [1] H. Fromme, S. Tittlemier, W. Völkel, M Wilhelm, D. Tardella, *Int. J. Hyg. Environ. Health* **213** (2009) 239-270.
- [2] K. Prevedouros, I. T. Cousins, R. C. Buck, S. H. Korzeniowski, *Environ. Sci. Technol.* **40** (2006) 32-44.

2º Premio a la mejor Comunicación Oral

COUPLING MICELLAR ELECTROKINETIC CHROMATOGRAPHY WITH MASS SPECTROMETRY USING A VOLATILE SURFACTANT FOR THE THERAPEUTIC MONITORING OF BENZIMIDAZOLES IN ANIMAL URINE

Carmen Tejada-Casado, David Moreno-González, Francisco J. Lara, Monsalud del Olmo-Iruela, Ana M. García-Campaña

Therapeutic drugs monitoring in veterinary medicine is a useful tool to assess when an animal has attained therapeutic concentration of a particular drug depending on the administered dose [1]. This can be the case of benzimidazoles (BZs), which are anthelmintic agents widely used in the prevention and treatment of parasitic infections in livestock [2] but excessive concentrations of BZs in animal biological fluids can lead to congenic malformations, teratogenicity and pulmonary edemas [3].

In this work a novel method based on micellar electrokinetic chromatography-tandem mass spectrometry (MEKC-MS/MS) has been proposed and validated for the identification and simultaneous quantification of thirteen BZs in animal urine samples (sheep, cow and goat). Separation was performed in a bare fused-silica capillary (1 m total length, 50 μ m i.d). The electrophoretic separation was achieved using a voltage of 25 kV and a temperature of 25 °C. The running buffer was an aqueous solution of 50 mM perfluorooctanic acid adjusted to pH 9.0 with ammonium hydroxide. Direct coupling of MEKC to MS is possible using because the perfluorooctanic acid used in the separation buffer is a volatile surfactant. The sample was hydrodynamically injected for 75 s at 50 mbar and the sample solvent was water, allowing an on-line preconcentration based on sweeping of the analytes. The coaxial sheath-liquid sprayer used for CE-MS coupling consisted of ethanol/water/formic acid (50:49.5:0.5, v/v/v) and was delivered at a flow rate of 1.7 mL min⁻¹ by syringe pump. The ESI voltage was set to -4500 V (positive mode). Other electrospray parameters at optimum conditions were: nebulizer pressure, 6 psi; dry gas flow rate, 8 L min⁻¹; and dry gas temperature, 250 °C. An ion trap analyzer operating in the multiple reaction monitoring mode (MRM) was used for detection.

Under optimum conditions, sensitivity enhancement factors ranged from 50 to 181 for the studied compounds. The applicability of the proposed method was demonstrated by the determination of BZs in animal urine samples employing as sample treatment just a 1:10 dilution with water. Good linearity was obtained ($R^2 > 0.993$) for all BZs. Recoveries for fortified samples were higher than 82.3 %, with RSDs lower than 7.6 %. The limits of detection were below $69.3 \mu\text{g L}^{-1}$.

The main advantages of the proposed method are the simplicity of operation, the rapidity to achieve a very high sample throughput with low cost and reduced waste. This method can help veterinarians to customize the administered dose of BZs for each individual case.

Excellence Project Ref: P12-AGR-1647 for the financial support and the predoctoral fellowship of C.T.C. D.M.G. thanks the Spanish Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO) for a Juan de la Cierva postdoctoral contract. FJL is grateful for personal funding through the Andalucía Talent Hub Program co-funded by the European Union's Seventh Framework Program, Marie Skłodowska-Curie actions (COFUND – Grant Agreement n° 291780) and the Ministry of Economy, Innovation, Science and Employment of the Junta de Andalucía.

- [1] A. Loyacano, J. Williams, J. Gurie and A. DeRosa, *Vet. Parasitol.* **107**, (2002), 227-234
- [2] M. Danaher, H. De Ruyck, S.R.H. Crooks, G. Dowling, M. O'Keeffe, *J. Chromatogr. B*, **845** (2007) 1-37.
- [3] B. Kinsella, S.J. Lehotay, K. Mastovska, A.R. Lightfield, A. Furey, M. Danaher, *Anal. Chim. Acta.* **637**, (2009) 196–207.

POSTERS

1^{er} Premio al Mejor Póster

HIGH RESOLUTION MASS SPECTROMETRY FOR THE IDENTIFICATION OF *IN-VIVO* 5-MeO-MiPT METABOLITES IN MOUSE SERUM AND URINE

D. Fabregat-Safont, M. Ibáñez, F. Martínez-García, C. Agustín-Pavón, A. Martín-Sánchez, J.V. Sancho, F. Hernández

The consumption of new psychoactive substances (NPS) has increased in the last years. New compounds are being continuously detected and identified in

seizures and products sold on the Internet. There is therefore an increasing need of procedures to evaluate not only the identity of the NPS present in the legal highs but also their consumption. These procedures are commonly based on the detection of markers related with a specific compound, usually its metabolites, in biological fluids. High resolution mass spectrometry (HRMS) has proved to be a powerful technique for metabolite structure elucidation. This technique in combination with metabolism studies, such as *in-vivo* experiments, would allow obtaining consumption biomarkers for investigating drug use or intoxications.

In this work, metabolism of the tryptamine 5-MeO-MiPT was studied using liquid chromatography coupled to quadrupole-time of flight mass spectrometry (LC-QTOF MS) using adult male mice of the inbred strain C57BLJ/6. This allowed obtaining Phase I and Phase II metabolites in different biological fluids, such as urine and serum, and evaluating the metabolism of this compound over time. Thus, $16 \mu\text{g}$ of 5-MeO-MiPT (being in the range of a typical dose of 0.27 mg/kg) were injected *i.p.* to the mouse specimens, using NaCl 0.9% and 1% DMSO solution as drug carrier. Four groups of three specimens each were injected with the drug solution ($150 \mu\text{L}$), while one additional group of four specimens was injected with the drug carrier solution and used as control group.

Urine samples were collected at 60 min for one of the groups injected with the drug and for the control group. Urine samples were directly injected into the LC-QTOF MS system after simple dilution and also after hydrolysis with β -glucuronidase. Regarding serum samples, they were collected at 10, 20, 40 and 60 min for the drug groups, and at 60 min for the control group. Serum samples were injected after protein precipitation with acetonitrile, evaporation of organic solvent and reconstitution with the mobile phase.

The resulting metabolites were detected and tentatively identified making use of the accurate-mass information provided by QTOF MS for both (de)protonated molecule and fragment ions, after comparing control and positive samples. Additionally, the common fragment pathway and mass defect filter strategies were also evaluated.

2º Premio al Mejor Póster**NANOFLOW LIQUID CHROMATOGRAPHY HIGH RESOLUTION MASS SPECTROMETRY FOR MULTI-RESIDUE ANALYSIS OF VETERINARY DRUGS IN FOOD SAMPLES OF ANIMAL ORIGIN**

J. Alcántara-Durán, David Moreno-González, Antonio Molina-Díaz, Juan F. García-Reyes

The presence of veterinary drugs residues in the food chain is of increasing concern provided the adverse effect for human health, such as allergic reactions and the possible development of antibiotic bacterial resistance. For this reason, the European Union (EU) has established a maximum residue limit (MRL) for some antibiotics in foods from animal origin. Downsizing the flow stream in liquid chromatography electrospray tandem MS has been proven to be an interesting alternative to standard analytical size approaches, provided the significant benefits in terms of sensitivity and matrix effect reduction. In this sense, the use of nanoflow liquid chromatography coupled to nanospray MS detection has been restricted so far to selected bio-analytical applications (eg. proteomics). The introduction of more robust and reproducible ultra-high pressure nanoflow LC instrumentation along with new column technology integrating the nanospray spray emitter and the column in a single item, has made accessible such

sophisticated approach to routine work, avoiding typical nanoflow operation issues. In this work, a nanoflow LC-MS method has been developed for the multi-residue determination of veterinary drugs in different food matrices. A Thermo Scientific EASY-nLC 1000 nano-LC system was used. An EASY-Spray column (PepMap®, C18, 3 μm , 100Å, 75 μm x 150 mm) was employed. Mobile phases A and B were water and acetonitrile, respectively, both with 0.1 % formic acid. The injection volume was 1 μL . Flow rate was set at 300 $\text{nL}\cdot\text{min}^{-1}$. A Thermo Q-Exactive Orbitrap mass spectrometer equipped with an Easy-Spray nano-electrospray ion source was used. Q-Exactive was operated in all ion fragmentation and full scan modes. The proposed method was applied to the determination of veterinary drugs in food samples such as milk, honey, egg and beef. Salting-out supported liquid extraction was selected as sample treatment. From the results obtained, the sensitivity achieved with this configuration enables the implementation of high dilution factors (1:50) in veterinary drug residue workflows without compromising sensitivity and yet, performing limit of quantitation (LOQ) between 0.03 to 3000 $\text{ng}\cdot\text{Kg}^{-1}$. These LOQs were significantly lower than their corresponding MRL set. The precision was also evaluated, obtaining RSD values lower than 20% in all cases.

NOTA DE LA REDACCIÓN

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



16ª ASAMBLEA GENERAL DE LA SECyTA

La 16ª Asamblea General de la SECyTA, que contó con la asistencia de 86 socios, se celebró el día 3 de noviembre de 2016, a las 18:40 h, en el Salón de Actos de la Escuela Superior de Ingeniería Informática de la Universidad de Sevilla (Av. Reina Mercedes, s/n. 41012 Sevilla) con el siguiente orden del día:

1. Lectura y aprobación, si procede, del acta de la Reunión anterior
2. Informe del Presidente
3. Informe del Secretario
4. Informe del Tesorero
5. Ruegos y preguntas

Desarrollo de la sesión y acuerdos adoptados

En primer lugar, el Presidente de la SECyTA (Dr. Francisco Javier Santos Vicente) da la bienvenida a todos los asistentes y expresa su más sincero agradecimiento a los organizadores del congreso, Drs. José A. González Pérez y Francisco J. González Vila, y a los miembros de los Comités Científico y Organizador de la XVI Reunión Científica de la SECyTA por el excelente trabajo realizado.

1. Lectura y aprobación del acta de la Reunión anterior.

El Presidente indica a los asistentes que el acta de la 15ª Asamblea General de la SECyTA está colgada en la página web de la SECyTA desde diciembre de 2015, por lo que ha habido tiempo suficiente para que la lean todos los socios. En este momento el Presidente pregunta si alguno de los asistentes quiere hacer alguna modificación al acta o si algún socio quiere que se lea el acta en su totalidad. Al no haber ninguna intervención por parte de los socios presentes, se procede a aprobar el acta y se pasa al punto siguiente.

A continuación, el Presidente autoriza a que el Secretario y el Tesorero procedan a entregar las ayudas de beca de inscripción y bolsa de viaje a los estudiantes socios, durante el transcurso del punto 2º del orden del día, "Informe del Presidente", de forma que se pueda agilizar el desarrollo de la asamblea.

2. Informe del Presidente.

En su informe, el Presidente trató los siguientes temas.

2.1. Celebración de la XVI Reunión Científica de la SECyTA.

En esta ocasión la reunión de la SECyTA se ha celebrado en Sevilla y se ha procurado hacer un programa lo más atractivo posible. En conjunto, en esta edición se ha contado con 5 conferenciantes invitados, investigadores de reconocido prestigio internacional, que han impartido sendas conferencias plenarias sobre aspectos novedosos de las técnicas de separación y preparación de muestras. Además se han presentado 18 comunicaciones orales, 19 comunicaciones orales de jóvenes investigadores que optaban al Premio JAGD y 137 comunicaciones en formato póster, de las que 12 también se han presentado como comunicación "flash", arrojando un número total de 179 comunicaciones. Por lo que respecta a la exposición comercial, han participado 14 empresas, 5 en modalidad "colaboradora" y 9 en modalidad "patrocinadora". Respecto a las becas de inscripción y ayudas de viaje a los socios jóvenes, en esta edición se han concedido 39 becas. El Presidente comenta que desde la reunión de Tarragona, donde celebramos la XII Reunión de la SECyTA, hace cinco años, en el 2012, en el que contamos con 212 congresistas, el número de asistentes había ido disminuyendo poco a poco, lo que se traduce en un número menor de inscripciones y contribuciones científicas. Esta disminución en el número de inscripciones, que nada tiene que ver con la calidad científica de las reuniones, está directamente relacionada con la dramática situación que la comunidad científica está sufriendo con los recortes en los presupuestos dedicados a la investigación, que cada año son mayores. Cada vez tenemos menos dinero y menos estudiantes, por lo que la asistencia a las reuniones científicas, tan importante para nosotros, se ve muy comprometida. Sin embargo, aunque ligero, se ha producido un repunte respecto a la pasada edición de 2015, pasando de 178 a 182 asistentes. Donde sí que se ha producido un aumento significativo ha sido en las comunicaciones póster, donde se ha pasado de 93 a 137. Aunque, el hecho de realizar la edición de 2015 conjuntamente con la SEEM, quizás contribuyó a distribuir las comunicaciones entre ambos congresos. Donde sí que se ha visto un aumento claro de participación es en los Premios JAGD, donde se ha pasado de 12 a 19 comunicaciones orales y, sobre todo, de 16 a 44 comunicaciones en formato póster. Obviamente, el aliciente económico hace de acicate para la amplia participación de nuestros jóvenes, pero también deberíamos

reflexionar, tanto jóvenes como socios *seniors*, sobre autocensurarnos antes de solicitar participar en el premio...

Por último, el Presidente recuerda a los asistentes que se pueden enviar los trabajos presentados a la Reunión actual como artículos a publicar en un Volumen Virtual Especial de la revista *Journal of Chromatography A*, como se ha venido haciendo en los 4 años anteriores. Las instrucciones para el envío de los artículos, así como la fecha límite están indicados en la página web del congreso. De todas formas Elsevier suele enviar un e-mail a todos los "corresponding authors" de las presentaciones. A este respecto, en esta edición se ha decidido establecer de entrada una fecha límite realista (31 de Marzo de 2017) para que podamos preparar los manuscritos tranquilamente, y no sea necesario ampliar este *deadline* repetidamente. El Presidente anima a que enviemos nuestras comunicaciones a este volumen especial de JCA para dar mayor visibilidad, si cabe, a la Cromatografía que se hace en España de una forma conjunta, a través de su Reunión anual.

2.2. Cierre de la XV Reunión Científica de la SECyTA (Castellón)

Respecto a la celebración de la XV Reunión Científica de la SECyTA, conjuntamente con la VII Reunión Nacional de la SEEM, en Octubre de 2015 en Castellón, el Presidente comenta que ya se ha cerrado el capítulo económico con la SEEM y el Comité Organizador. El cierre ha resultado positivo, siendo la parte correspondiente a nuestra sociedad de 2.058,74€. Desde el punto de vista científico, la Reunión fue un éxito. Este éxito vino determinado por varios aspectos, entre los que podríamos destacar: el enorme prestigio de los conferenciantes invitados y un número importante de comunicaciones científicas, tanto orales como posters, lo que configuró un programa científico atractivo, competitivo y sugerente.

2.3. Jornadas de Análisis Instrumental (JAIs) 2017

El Presidente informa del estado de las negociaciones con Fira de Barcelona sobre la celebración de las JAIs en 2017 organizadas por la SEQA.

El pasado 11 de Mayo de 2016 se celebró una primera reunión entre Fira de Barcelona, SEQA y SECyTA donde se abordaron temas como la internacionalización de las JAIs, mejora de las condiciones económicas y el propio formato del congreso.

Posteriormente, el 15 de septiembre, se llevó a cabo una reunión entre Fira de Barcelona y SEQA, que recibió el 19 de septiembre una propuesta de Fira con unas condiciones (mínimo 450 asistentes, expositores proponen *speakers* invitados, reducción duración a 2 días, reducción presupuesto de 31 a 22k€, conferencias en salas pentagonales en zona exposición comercial, mantienen tarifas, pero fecha cuota reducida se avanza a Marzo 2017, se crea una cuota para estudiantes reducida pero antes de 20 de Febrero de 2017) que han sido consideradas por SEQA inasumibles, de modo que según acuerdo de su Junta Directiva han decidido NO organizar las JAIs 2017.

Antes esta situación Fira de Barcelona está preparando una nueva propuesta para mejorar las condiciones económicas y organizativas, estando a fecha de hoy todavía a la espera. La Junta de Gobierno de la SECyTA ha iniciado contactos con diversos grupos de investigación para disponer de alternativas en el caso de que no se celebren las JAIs. Se ha establecido como fecha límite el 15 de noviembre de 2016 para tomar una decisión en firme sobre la organización de SECyTA2017

2.4. Colaboración de SECyTA con otros congresos

El Presidente informa sobre los distintos congresos en los que SECyTA ha participado, colaborando o patrocinando el mismo, sobre todo ofreciendo becas a sus estudiantes. Así mismo, en algún caso también se ha obtenido cuotas de inscripción más económicas para nuestros socios.

- **XVI Latin-American Congress on Chromatography and 9th National Meeting on Chromatography**
Lisbon (Portugal), 5-9 Enero 2016
Chairman: **José Manuel F. Nogueira**
- **40th International Symposium on Capillary Chromatography and 13th GCxGC Symposium (RIVA 2016)**
Riva del Garda, (Italy) 29 Mayo-3 Junio 2016
Chairman: **L. Mondello**
- **9th European Conference on Pesticides and Related Organic Micropollutants in the Environment. 15th Symposium on Chemistry and Fate of Modern Pesticides.**
Santiago de Compostela (Spain), 4-7 Octubre 2016
Chairman: **Thierry Dagnac**
Co-Chairwoman: **Maria Llompart**

Así mismo, también informa de próximos congresos en los que SECyTA actuará de patrocinador

- **19th International Symposium on Advances in Extraction Technologies (ExTech 2017)**

Santiago de Compostela (Spain), 27-30 Junio 2017
Chairman: *Maria Llompart, Thierry Dagnac, Janusz Pawlyszyn*

- **4th International Mass Spectrometry School Raiders of the latest Advances in Mass Spectrometry**

Sitges (Barcelona, Spain)
22 – 27 September 2019

Este último evento se trata en realidad de una Escuela Internacional de Espectrometría de Masas, que será organizada por la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM) y auspiciada por la International Mass Spectrometry Foundation (IMSF), que concedió a la SEEM la organización de la IMSS-2019 durante la celebración del IMSC2016 en Toronto (Canadá). Esta Escuela es un curso avanzado de espectrometría de masas impartido por especialistas de reconocido prestigio a nivel mundial dirigido a estudiantes de grado y doctorado, doctores e investigadores en campos de la Química, Biociencias, Alimentación, Medio Ambiente y Medicina, procedentes de diferentes países (máximo 100-120 estudiantes).

La SEEM es la Sociedad organizadora pero la SECyTA junto a otras Sociedades Científicas actúan como colaboradoras. Esta colaboración consistirá en ofrecer 2 becas de 750 euros para la asistencia de jóvenes investigadores, socios de la SECyTA, que en el hipotético caso que no quedaran cubiertas pasarían a la bolsa común de becas de la Escuela.

Los beneficios de la Escuela se repartirán proporcionalmente a nuestra aportación y representará un 15% de los beneficios. En el caso de pérdidas, la SECyTA asumirá un máximo de 750€. Los riesgos son asumibles y los beneficios son importantes. Se creará una comisión para redactar las bases de la concesión.

2.5. Asesoría Fiscal y Protección de Datos

Contratación de un Asesor Fiscal (700 €/año) para estar informados de los cambios en la normativa fiscal y evitar los frecuentes requerimientos ante la Agencia Tributaria

La SECyTA ha mantenido, en todo momento, bajo total confidencialidad los datos de nuestros asociados. Durante el año 2017 se iniciaran los trámites, a través

de una consultoría, para cumplir con la Ley Orgánica de Protección de Datos (LOPD) y la Ley de Servicios de la Sociedad de la Información (LSSI).

2.6. Informe sobre el Boletín

El Presidente informa en este punto sobre:

- Incorporación de una nueva sección en el Boletín: tesis doctorales (leídas hace menos de un año).
- En la actualidad se están imprimiendo 630 ejemplares, tanto para socios como para casas comerciales, empresas, bibliotecas, etc.
- Las devoluciones son mínimas gracias a la gestión de secretaria y tesorería para mantener actualizadas las bases de datos.
- Disminución de la publicidad debido a problemas económicos y presupuestarios de las empresas colaboradoras. En estos momentos se está intentando recuperar a dichas empresas y ampliar la oferta a otras nuevas.

El Presidente cede la palabra a la Dra. M^a Luz Sanz, una de las editoras del Boletín, que se encontraba presente en la asamblea. La Dra. Sanz agradece a los socios su participación en el boletín. Asimismo, recuerda las distintas secciones que ofrece el boletín, algunas de ellas remuneradas económicamente. Respecto a la nueva sección de tesis doctorales de nuestros socios jóvenes, anima que enviemos los resúmenes, ya que en el último número se ha observado un ligero descenso. Y respecto a la sección de curiosidades analíticas, comenta que durante la SECyTA2016 han aparecido temas curiosos que tendrían cabida en esta sección, por lo que anima a los socios a participar en el Boletín que es de todos.

2.7. Actividades futuras

Premio a la mejor tesis doctoral

- Convocatoria de un premio a las mejores tesis doctorales presentadas sobre Cromatografía y Técnicas Afines. El premio estará patrocinado por una de nuestras empresas colaboradoras.
- La Comisión designada para fallar los premios estará compuesta por investigadores de reconocido prestigio.
- Los premios se concederán anualmente y se escogerán entre las tesis presentadas al premio y que han sido defendidas durante el último curso académico.

2.8. Noticias destacables

La revista *The Analytical Scientist* ha hecho pública una lista con las 50 mujeres más influyentes en

Química Analítica 2016, entre las que se encuentran tres españolas: Coral Barbas, Elena Ibáñez y Lourdes Ramos, socias de SECyTA. El Presidente les da la más sincera enhorabuena y se congratula de que formen parte de nuestra Sociedad.

3. Informe del Secretario.

En su informe, el Secretario trató los siguientes temas.

3.1. Socios de la SECyTA.

El Secretario de la SECyTA, Dr. Juan V Sancho, informa de que desde la última Asamblea General, celebrada el 28 de octubre de 2015 en Castellón, hasta hoy, 3 de noviembre de 2016, se han recibido un total de 37 altas y 28 bajas. En el listado actual de Secretaría el número de socios a día de la celebración de esta Asamblea es de 509 socios.

El número de altas ha aumentado respecto a otros años, por lo que el número total de socios se ha incrementado ligeramente. Esperemos que esta tendencia se mantenga en los próximos años y recuperemos la senda de los 600 socios. De las 28 bajas, 25 corresponden a bajas solicitadas por los socios, 2 a jubilaciones, 1 a baja por secretaria (fallecimiento) y ninguna estatutarias (debido a que el socio en cuestión lleva tres impagos consecutivos). Lo que confirma una vez más el seguimiento exhaustivo y personalizado de los impagos.

3.2. Ayudas concedidas por la SECyTA.

Se han concedido un total de 12 ayudas (de 500 € cada una) para la asistencia a congresos internacionales, distribuidos de la siguiente forma:

- 3 ayudas para la asistencia a COLACRO 2016: XVI Latin-American Congress on Chromatography and 9th National Meeting on Chromatography (9ENC). January 5th - 9th 2016. Lisbon, Portugal
- 1 ayuda para la asistencia al 14th International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Separation Technology (HTC-14). January 27th - 29th, 2016. Ghent, Belgium
- 1 ayuda para la asistencia al 44th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2016). June 19th - 24th, 2016. San Francisco, USA
- 2 ayudas para la asistencia al 18th International Symposium on Advances in Extraction

Technologies (Extech 2016). July 3rd - 6th, 2016. Torun, Poland

- 1 ayuda para la asistencia al 21st International Mass Spectrometry Conference (IMSC2016). August 20th - 26th, 2016. Toronto, Canada
- 3 ayudas para la asistencia al 31st International Symposium on Chromatography (ISC2016). August 28th - September 1st, 2016. Cork, Ireland
- 1 ayuda para la asistencia al 6th European Association of Chemical and Materials Societies (EuCheMS2016). September 11th - 15th, 2016. Seville, Spain

Hay que resaltar que se ha triplicado la inversión en este concepto respecto al año pasado, pero ha permitido que 12 de nuestros socios jóvenes hayan podido presentar sus trabajos en reuniones internacionales. En el caso de la presente Reunión, la Sociedad ha concedido un total de 39 becas de inscripción a la XVI Reunión Científica de la SECyTA (que han supuesto un total de 9.750 €) y 39 ayudas de viaje (6.825 €) a jóvenes investigadores socios de la SECyTA que se desplazasen desde fuera de Sevilla.

3.3. Colaboración de la SECyTA con otros congresos.

La SECyTA colaboró en la celebración del 40th International Symposium on Capillary Chromatography and 13th GCxGC Symposium May 29 - June 3, 2016. Riva del Garda, Italy. La colaboración consistía en la concesión de ayudas para la asistencia a dicho congreso, sin embargo, no se solicitó ninguna ayuda para el mismo.

Igualmente, la SECyTA colaboró con la celebración del Pesticides 2016: 9th European Conference on Pesticides and Related Organic Micropollutants in the Environment. 15th Symposium on Chemistry and Fate of Modern Pesticides. October 04-07, 2016. Santiago de Compostela, Spain ofreciendo ayudas de asistencia a congresos internacionales o patrocinados (a elección de los socios) y apareciendo el logo de la Sociedad como colaborador en la web del congreso, pero no se solicitó ninguna ayuda.

Del mismo modo, la SECyTA va a colaborar en la celebración del 19th International Symposium on Advances in Extraction Technologies (ExTech2017) que se celebrará en June 27th - 30th 2017. Santiago de Compostela, ofreciendo ayudas de asistencia a congresos internacionales o patrocinados (a elección de los socios) y apareciendo el logo de la Sociedad como sponsor en la web del congreso. Hasta el momento no se

ha solicitado ninguna ayuda, pero todavía hay tiempo ya que el congreso se celebrará el año que viene.

Así mismo, la SECyTA va a colaborar con la celebración de la 4th International Mass Spectrometry School *Raiders of the latest Advances in Mass Spectrometry* que se celebrará en Sitges (Barcelona, Spain) 22 – 27 September 2019, ofreciendo 2 becas a jóvenes investigadores socios. Al igual que en el caso anterior, hasta el momento no se ha solicitado ninguna beca, pero todavía hay tiempo ya que el congreso se celebrará en 2019.

3.4. *Temas Generales.*

Este año, se ha implementado una nueva lista de correo para comunicaciones con los socios por parte de Secretaría, ya que ha habido renovación parcial de cargos de la Junta de Gobierno y el nuevo Secretario, al ser de un centro distinto al anterior, necesita implementar la lista de correo con las herramientas que le brinda su institución. En este caso, el Dr. Juan V Sancho pertenece a la Universitat Jaume I de Castellón, y para que sus miembros puedan realizar envíos por correo masivos (somos más de 500 socios) y no sean considerados *spam*, se debe realizar a través de los grupos de correo de Google. La inclusión de los correos de contacto de los socios en este grupo implica un mensaje de bienvenida que a pesar de que se ha intentado que quede claro que no es *spam*, algunos de los socios han rechazado su inclusión en este grupo, con lo que no les llegarían por correo electrónico las comunicaciones de la Sociedad. Desde Secretaría se va a intentar contactar con los socios que han rechazado su inclusión en el grupo, quizás por desconocimiento, pero quizás sería necesario poder implementar la lista de correo de la Sociedad en un servidor ajeno a las instituciones a las que pertenece el Secretario de turno, para facilitar la transición cuando haya elecciones. Una opción sería que el servidor de correo se alojara en el mismo que se encuentra la web de la Sociedad.

3.5. *Publicidad de eventos*

A través de la página web, de mailings desde la secretaría de la Sociedad, de la distribución del Boletín, etc. se han publicitado los siguientes eventos:

- 17 congresos internacionales:
- 1 cursos de especialización
- 1 ofertas de contratos/becas
- 1 máster universitarios
- 1 red científica

3.6. *Próximos congresos.*

Como ya ha mencionado el Presidente, la próxima Reunión Científica de la Sociedad se celebrará en 2017, inicialmente fuera del entorno de Expoquimia (JAIs) pero a fecha actual todavía no se ha concretado el comité organizador.

4. Informe del Tesorero.

En el informe del Tesorero se trataron los siguientes asuntos.

El Tesorero de la SECyTA, Dr. Jordi Díaz Ferrero, presenta el estado de cuentas y el balance de ingresos y gastos desde la pasada Asamblea General celebrada en Castellón el 28 de octubre de 2015 (del 23-10-2015 al 31-10-2016), indicando que el balance es positivo.

Respecto al balance el Tesorero llama la atención sobre distintos puntos:

- En primer lugar quiere agradecer a las empresas su apoyo económico, tan importante para la Sociedad.
- Respecto al Boletín, se observa un pequeño balance negativo al bajar la publicidad.
- Se puede observar un mayor importe en los gastos de la Junta respecto a otros años, y esto se debe a que se ha realizado una Junta de Gobierno más a las habituales durante el mes de Julio.
- En cuanto a la operativa bancaria, los pocos intereses que da el banco sirven para compensar los gastos bancarios.
- El balance de este periodo ha sido prácticamente cero, con unos ingresos y gastos prácticamente iguales. Debido al buen saldo acumulado de la Sociedad, este curso todos los ingresos se han invertido prácticamente en becas a nuestros socios jóvenes para la asistencia a la Reunión anual de la SECyTA o a distintos Congresos internacionales.

A continuación, el Tesorero presenta el balance económico de la XV Reunión Científica de la SECyTA y la VII Reunión Nacional de Espectrometría de Masas celebradas en Castellón en Octubre de 2015.

Destacar que se ha cerrado la SECyTA SEEM 2015 con un balance positivo, del que una parte proporcional corresponde a la SECyTA. Desde el punto de vista de la Sociedad, la dedicación económica a la Reunión ha sido la correspondiente a las becas a estudiante socios de la SECyTA.

El Tesorero informa de que, a día de hoy, toda la operativa bancaria es correcta. El número de impagados bancarios se ha reducido considerablemente, siendo sólo 13 en este año 2016. El Tesorero recuerda a los socios presentes que es mejor darse de baja que devolver el recibo.

Finalmente, el Tesorero comenta que en diciembre de 2015 se recibió un requerimiento de Hacienda por no haber realizado la declaración de pago a terceros de 2014 que, finalmente, tras varias gestiones, se consiguió solucionar.

A raíz de estos problemas, se ha contactado con un asesor fiscal para que nos ayude en estos temas y estos al día en la legislación fiscal.

6. Ruegos y preguntas

El Secretario da la palabra a la Dra. María Teresa Galcerán que insiste en que no hay que dejar pasar mucho tiempo para decidir como se aborda la Reunión Científica del año que viene. Por otro lado, reflexiona sobre que a lo largo de esta reunión se han visto muchos cromatógrafos acoplados a espectrómetros de masas pero poca discusión sobre columnas, fases estacionarias, móviles, etc. Tendríamos que ser conscientes que en la SECyTA son importantes las técnicas de separación.

El Presidente está de acuerdo con el comentario de la Dra. Galcerán respecto a la Reunión del año que viene, ya que cada día que pasa se hace más difícil poder invitar a investigadores extranjeros de prestigio. Así mismo, también está de acuerdo en el comentario sobre las técnicas de separación. Quizás se podría preparar una guía para las presentaciones con unos mínimos a incluir.

El Dr. José A. González comenta que parece que los socios han sido reacios a presentar sus comunicaciones en formato oral, ya que sólo se han solicitado 25 orales sobre 180 comunicaciones. También comenta que una reunión anual es algo bastante “costoso” y que quizás sea excesivo hacerlas cada año.

El Presidente contesta que mantener la frecuencia anual se basa en que se mantiene el número de asistentes, pero que también se han oído en otras ocasiones propuestas de hacer la Reunión completa cada dos años, y en los alternos realizar un *workshop* más reducido.

El Dr. Joan Grimalt recuerda a los socios que una presentación en la SECyTA debería de mostrar como mínimo el cromatograma, para ver cómo son los picos, el ruido de fondo, etc. También recuerda que la Editorial Elsevier acoge con muchas ganas los artículos de las reuniones de la SECyTA para publicar en el *Journal of Chromatography A* por lo que anima a todos los socios a participar y a enviar a estos volúmenes especiales sus trabajos de investigación presentados en el congreso. La SECyTA lleva ya 20 años renovando esta colaboración y sería una pena perderla por falta de interés, por lo que es importante enviar un número considerable de artículos para mantenerla y que Elsevier siga interesada. Además, recuerda que en este tipo de volúmenes especiales, los editores suelen dar más voz a los autores a la hora de responder a las revisiones de los referees.

A este respecto, el Presidente comenta que el volumen especial de SECyTA 2015 sólo aparecieron 7 artículos, que es un número un poco bajo. Por lo que se une al Dr. Grimalt y anima a todos los socios a mandar artículos. Todos sabemos que el *Journal of Chromatography A* es una revista exigente pero hay que tener en cuenta que publicar estos volúmenes especiales de nuestros congresos, da caché a la Sociedad.

Respecto a la primera parte de la intervención del Dr. Grimalt, el Presidente comenta que quizás sería pertinente establecer unas normas de estilo para las presentaciones en las reuniones de la SECyTA.

En este punto del orden del día y a la vista de que no hay más ruegos ni preguntas ni más asuntos que tratar, el Presidente da por finalizada la 16ª Asamblea General de la SECyTA a las 19:40 h. del citado día.

Juan Vicente Sancho Llopis
Secretario de la SECyTA

NUEVOS SOCIOS DE LA SECyTA

1810
Mansukhani Chetwani, Drashti
Instituto de Química Orgánica General, CSIC
Juan de la Cierva, 3
28006 Madrid

1811
Peris García, Ester
Avda. Francia, 39
12540 Vila-Real (Castellón)

1812
Mohammed Hamed, Ahmed
Departamento de Química Analítica (Grupo FQM302)
Universidad de Granada
Avda. Fuentenueva, s/n
18071 Granada

1813
García Córcoles, María Teresa
Pedro Antonio de Alarcón, 40 Portal 5, 7ªK
18002 Granada

1814
Martín Pozo, Laura
Departamento de Química Analítica
Facultad de Ciencias Universidad de Granada
Avda. Fuentenueva, s/n
18071 Granada

1815
Riba Mirabet, Marta
Folgueroles, 26 Atico
08022 Barcelona

1816
Navarro Calderón, Diana
Misericordia, 32
45500 Torrijos (Toledo)

1818
Menéndez López, Nuria
Fernando Morán, 3, 6ªA
33401 Avilés (Asturias)

1819
Prados Nieto, Isabel María
Baena, 32
14670 Valenzuela (Córdoba)

1820
Jurado Campos, Natividad
Virgen del Soterraño, 12
14920 Aguilar de La Frontera (Córdoba)

1821
Julià Martínez, Anna
Joan Güell, 54
08028 Barcelona

1822
Mamani Huanca, Maricruz
Berdún, 2
28050 Madrid

1823
Jiménez González, Marco Antonio
Beata Sor Mariana, 17
41510 Mairena del Alcor (Sevilla)

1825
Peña Herrera, Juan Manuel
Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del
Agua, IDAEA-CSIC
Jordi Girona, 18-26
08034 Barcelona

1826
González Santamaría, Rosario
Pérez Galdós, 62 - 7º K
26006 Logroño (La Rioja)

1830
Mompó Roselló, Óscar
Departament de Química Analítica, Facultat de
Química, Universitat de València
Dr. Moliner, 50
46100 Burjassot (Valencia)

1833
Delgado Fernández, Paloma
Instituto de Investigación en Ciencias de la
Alimentación (CIAL)
Nicolás Cabrera, 9
28049 Cantoblanco (Madrid)

1834
Alcántara Durán, Jaime
Blas Fernández, 8 4º izq
23640 Torredelcampo (Jaén)

1835
Manjón Cembellín, Óscar Roque
TOLLPHARMA
Aragoneses, 2
28108 Alcobendas (Madrid)

1836
Hernández Corroto, Ester
Galicia, 39 7ºD
28942 Fuenlabrada (Madrid)

HOMENAJE A SOCIOS

DISTINGUIDAS TRES SOCIAS DE LA SECyTA POR LA REVISTA *THE ANALYTICAL SCIENTIST*.

Recientemente, en el número 1016 de octubre de 2016, la revista *The Analytical Scientist* ha publicado su *Power List* de 2016, la primera lista dedicada expresamente a científicas, en donde se recogen los nombres de las 50 mujeres más influyentes y destacadas en las ciencias analíticas de todo el mundo. En este amplísimo campo se han incluido disciplinas como la espectrometría de masas, la cromatografía de fluidos supercríticos, el análisis farmacéutico o las técnicas ómicas y forenses entre otras muchas.

No es la primera lista de este tipo que esta revista publica, ya que con anterioridad editaron dos listas que incluían a los científicos analíticos más destacados a nivel mundial (“Top 100”) y una a los científicos de menos de 40 años (“Top 40”). El hecho de que en las dos primeras no se vieran igualmente representadas las mujeres fue la causa de confeccionar la lista que hoy es noticia.

Es un placer y un orgullo poder contar entre las distinguidas con las **Dras. Coral Barbas** (Facultad de Farmacia de la Universidad CEU San Pablo, Madrid), **Elena Ibáñez** (CIAL-CSIC) y **Lourdes Ramos** (IQOG-CSIC), miembros destacados de la SECyTA.

Al acceder a la noticia (<https://theanalyticalscientist.com/power-list/2016/>) también es posible conocer algunos momentos decisivos en su carrera científica, así como su visión del futuro de las ciencias analíticas, lo que ofrece un panorama diverso y muy cualificado de los retos a los que se enfrentan los científicos en los próximos años.

Nuestra más sincera enhorabuena por esta merecida distinción.



Coral Barbas es Catedrática de *Química Analítica* del Departamento de *Química y Bioquímica* y Directora del Centro de *Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO)*, Facultad de Farmacia, Universidad CEU San Pablo, Madrid.



Elena Ibáñez es Profesora de Investigación del Laboratorio de *Foodomics* del Departamento de *Bioactividad y Análisis de Alimentos*, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL-CSIC), Madrid.



Lourdes Ramos es Investigadora Científica del Departamento de *Análisis Instrumental y Química Ambiental*, Instituto de *Química Orgánica General* (IQOG-CSIC), Madrid.

JUBILACIÓN DE MARÍA JOSÉ GONZÁLEZ CARLOS



La profesora María José González Carlos, Mariché para todos los que la conocen, se acaba de jubilar. Licenciada y doctora en ciencias químicas por la universidad Complutense de Madrid, inició sus trabajos de investigación en 1974 en la antigua U.E.I. de Contaminación Ambiental del Instituto de Química Orgánica General

(IQOG) del CSIC, liderada por el profesor Gonzalo Baluja, bajo cuya dirección realizó su tesis doctoral sobre *Saccharomyces cerevisiae* y comenzó a adentrarse en la química ambiental, campo entonces con una repercusión muy distinta de la actual. Sus trabajos sobre Pb, Cd y Hg, pioneros en especiación, y sobre plaguicidas, en particular sobre compuestos organoclorados como el DDT, HCH, y posteriormente sobre bifenilos policlorados (PCB), fueron la base de su carrera científica, centrada en el desarrollo de métodos de separación, identificación y cuantificación de contaminantes orgánicos persistentes (COP) y, más recientemente, de nuevos contaminantes químicos. Una vez obtenido su doctorado, pasó dos años en L'École Polytechnique de Palaiseau (París, Francia), en el laboratorio del profesor Georges Guiochon, colaborando con la doctora Claire Vidal-Madjar. Allí, amplió conocimientos teóricos sobre cromatografía y sentó las bases de su acercamiento al análisis de las dioxinas y furanos, iniciándose en el uso de técnicas instrumentales más complejas y novedosas para la época en nuestro país.

En su reincorporación al IQOG, al lado del Dr. Luis Hernández Saint-Aubin, se propuso la puesta a punto de este reto analítico, para lo que contaba con medios ciertamente insuficientes, momento en que comenzó su colaboración con el profesor Josep Rivera Aranda, del laboratorio de Espectrometría de Masas del CID-CSIC, actual IDAEA-CSIC, e inició una larga y estrecha relación científica y personal que puso a su alcance los modernos equipos que estos análisis requieren. También han sido innumerables y muy fructíferas las colaboraciones que ha mantenido durante todos estos años con investigadores de gran prestigio y relevancia nacional e internacional, que han contribuido a enriquecer su carrera investigadora.

Con el tiempo, su grupo de investigación fue creciendo gracias a la incorporación de nuevos estudiantes, hoy científicos de renombre, y a la apertura a nuevas técnicas analíticas para el estudio de otros tipos de contaminantes. Así, la línea de cromatografía de gases se amplió con equipos acoplados a analizadores de masas, o los novedo-

sos cromatógrafos multidimensionales mediante "heart-cut" (estudios de quiralidad) y bidimensionales (PCT, PBDE, PXB, metabolitos de PCB, etc.). Además, se adentró en la cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas para abordar el estudio de algunos contaminantes emergentes, como los ftalatos.

Los campos en que se ha desarrollado la práctica totalidad de su labor científica e investigadora se centran en el medio ambiente (numerosos y pioneros trabajos en el Parque Nacional de Doñana, o el Parque Regional del Sureste de Madrid entre otros), la salud ambiental (en la Comunidad de Madrid y Huelva) y, de manera especial, en la seguridad alimentaria (innumerables trabajos sobre la contaminación química en alimentos).

Su larga trayectoria, plasmada en un gran listado de trabajos de investigación científica en revistas punteras de los campos de medio ambiente, química analítica y ciencia y tecnología de los alimentos, así como tesis doctorales, trabajos de licenciatura, tesis de máster, etc., no sólo se ha circunscrito al campo científico, sino que se ha significado por su aportación en actividades complementarias al mismo, como es su pertenencia como vocal a la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM) y, especialmente, a la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) desde sus inicios como GCTA. En esta última, ha desempeñado diferentes puestos como vocal, vicepresidenta y presidenta. También hay que destacar que ha ocupado la jefatura del departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental del IQOG-CSIC, ha sido vicedirectora de dicho instituto, coordinadora del área de Ciencias y Tecnologías Químicas del CSIC, y Representante Nacional en la División de Química y Medio Ambiente de la IUPAC.

Pero, Mariché, con ser importantísimo lo dicho hasta el momento, es mucho más. Es la persona. Lectora de muy largo recorrido, cinéfila hasta la médula, inquieta e incombustible, los que hemos tenido y tenemos la enorme suerte de conocerla podemos resaltar su cercanía, su familiaridad, su accesibilidad y su ayuda en todo momento, convirtiendo cualquier dificultad en un problema de menor cuantía, siempre con la mejor disposición.

Enhorabuena, Mariché. Disfruta de esta etapa que se te abre y de la que no tenemos dudas que sabrás aprovechar al máximo. Gracias por tantas cosas.

**Mario Fernández, Belén Gómara, Laura Herrero,
Begoña Jiménez y Lourdes Ramos**
Instituto de Química Orgánica General, CSIC



CONGRESOS CELEBRADOS

44TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON HIGH PERFORMANCE LIQUID PHASE SEPARATIONS AND RELATED TECHNIQUES.

The High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques Symposium is held annually alternating between Europe and United States, and since 2008 some events have also taken place in Asia. This year, the 44th edition took place in San Francisco (California, USA) between 19th-24th June 2016. The event was organized by the Kennedy group from the Department of Chemistry of the University of Michigan and was chaired by Professor Robert T. Kennedy.

The conference started with an opening ceremony where we were surprised by a Chinese music and dragon spectacle. After that, two interesting plenary lectures were the starting point for the rest of the meeting: 'Technologies and strategies for driving the personalized medicine revolution: transforming healthcare through wellness' by Dr. Leroy Hood, and 'Advancing biology, chemistry and medicine through high-resolution chromatography mass spectrometry-based proteomics' by Dr. Steven Carr. Once the conference was inaugurated, the scientific program was developed on 49 key notes, 115 oral communications split into 15 parallel sessions, and 273 posters divided into 24 topic sessions. Besides, every day during lunch time we had the opportunity to attend 12 vendor technical workshops.

As a new feature in this edition, the educational diffusion of the knowledge about several chromatographic topics had a big importance and, therefore, 16 free tutorials were given with the objective of making this knowledge accessible to everybody and particularly to people with less experience in the tutorial topic. In addition, another novelty was the incorporation of 3 discussion panels formed by four leading experts, in which different topical issues were addressed and where special emphasis was paid to the participation of the audience. The three interesting topics addressed were: 'Future directions of micro- and nanofluidics', 'Columns of the future... and beyond' and 'Technical needs for biopharmaceuticals: HPLC-MS and beyond'.

The conference was completed with 9 short courses on leading topics such as HPLC and UHPLC troubleshooting and method development for small mole-

cules, measuring glycosylation of proteins by HPLC-MS, LC-MS² strategies for identification and quantitation, the role of chromatography in the analysis and characterization of protein therapeutic drugs, chiral separations, Two-Dimensional Liquid Chromatography (principals, method development and applications) and CE-MS as an easy to operate and information rich technology. It is also worth noting the important role that the social program had in this conference as we could all enjoy a fantastic dinner on a yacht, cruising along the San Francisco Bay.

Finally, the conference culminated with a closing session in which we were pleased with the following four plenary lectures: 'Separation science and analytical chemistry: past, present and future' by Dr. Barry L. Karger, 'Ultrasensitive protein analysis using capillary zone electrophoresis coupled with tandem mass spectrometry' by Dr. Norman Dovichi, 'Photophoresis: optical force chromatography separating molecules using mechanical forces of light' by Dr. Doo Soo Chung and 'Cancer lipidomics: analysis of dysregulated lipids using mass spectrometry' by Dr. Michal Holcapek. Besides, in this closing session the best poster award as well as the 2016 Csaba Horváth young scientist award for the best oral presentation were announced. Moreover, presentation of the forthcoming HPLC conferences was done by their corresponding Chairs: HPLC 2017 (Prague, Czech Republic) by Michal Holcapek and Frantisek Foret; HPLC 2017 (Jeju Island, South Korea) by Doo Soo Chung, and HPLC 2018 (Washington, DC, USA) by Norman Dovichi.

As conclusion, HPLC 2016 was a very interesting and worthy of attending meeting on chromatography where the main topical issues were dealt and where the interaction between the industry and the academic partners was favored.

Lidia Montero García

Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL-CSIC)

ISC 2016 - 31TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON CHROMATOGRAPHY

The International Symposium on Chromatography (ISC) is one of the most traditional conferences concerning chromatography and separation sciences. It is a biannual congress and this year it took place from 28th of August to 1st of September in Cork (Ireland). It covers separation methodologies in all scales (preparative, fundamental, and applied science) and application fields such as pharmaceutical, bioanalytical, environmental, forensic, clinical, toxicological, and food analysis research. Furthermore, detection methods are also an important topic at ISC.

The schedule was organized during five days of plenary session, lectures, tutorial courses, posters presentations, and vendor lectures series on instrumentation and services for chromatography, separation science and mass spectrometry. Thus, the congress was organized into 32 sessions containing 9 plenary lectures, 27 keynote, 81 oral presentations, 10 tutorials, 3 short courses and 4 vendor seminars.

Concerning the poster sessions, 353 communications were presented in three different sessions (Monday, Tuesday, and Wednesday). The communications presented in this conference, dealt with different aspects of separation techniques, extraction techniques, metabolomics approaches, mass spectrometry detection, biomedical diagnostics, etc. Therein, researchers had the opportunity to present, share and discuss their latest results with the rest of participants. Several international renowned scientists composed the scientific committee and the meeting was chaired by Dr. Apryll M. Stalcup, from Dublin City University (Ireland), and Dr. Jeremy D. Glennon from University of Collage Cork (Ireland).

The ISC 2016 started on Sunday morning with three parallel short courses. The first one was centred in the development and control of robust HPLC methods by modelling; the second one about the fundamentals and practical aspects of UHPLC; and the last one dealt with the principles, instrumentation, method development and applications of supercritical fluid chromatography (SFC). In the evening, after completion of the courses, the Opening Ceremony took place with an enjoyable concert and then, an introduction to the congress was presented. Later, the Session 1 was started with a plenary lecture of the Dr. Daniel W. Armstrong focused on the use superficially porous particles in the ultra fast chiral

and achiral separations. Then, another interesting plenary talk was carried out by the hand of Dr. John Cryan about how the gut microbiome can better brain health. To finish the first day a welcome reception sponsored by Shimadzu took place in Devere Hall.

On Monday morning, the session began with the CASSS Award ceremony to Prof. Frantisek Svec for his important contribution in the separation science and in the development of organic-based monolithic columns that are finding applications in numerous fields. Subsequently, Dr. Frantisek Svec gave a plenary lecture where he reviewed the story of porous polymer-based monolithic columns. Another interesting plenary talk about LC-MS methods applied in sport drug testing was given by the Dr. Mario Thevis. After coffee break, three parallel sessions (Session 3, 4, and 5) and a Tutorial took place. Sessions were focused on the use of chromatography in the pharmaceutical analysis, on new materials used in chromatographic columns and issues related with the fundamentals of chromatography. Tutorial 1 was given by Dr. Didier Thiebaut and it was designed for people interested in SFC. After lunch, two successive Vendor Seminars of Shimadzu and Waters were performed. Later, other three parallel sessions (Session 6, 7, and 8) and two Tutorials were carried out. This time, sessions were dedicated to the new trends in the use of mass spectrometry, the analysis in 2D and biomedical analysis. In the Tutorial 2, Dr. Wolfgang Lindner talked about past and future of chiral separation and in Tutorial 3, Dr. David McCalley explained the role of the stationary phase in HPLC and the new developments of column technology. Finished sessions, the first Poster session of the symposium took place. After this, several coaches brought attendees Cork City Hall where the Civic Reception was occurred. There we could enjoy a show of traditional dancing and Irish music.

On Tuesday, the congress started with three parallel sessions (Sessions 9, 10, and 11) and Tutorial 4. The Session 9 was focused on the use of new materials and technologies for the preparation of chromatographic columns, while Session 10 and 11 were focused on SFC (solvents, benefits and applications) as well as on the recent trends in sample preparation. The Tutorial 4 was given by Dr. Tony Edge and it was based on 2D-LC. After coffee break, three more parallel sessions (Sessions 12, 13, and 14) and Tutorial 5 took place. The Sessions 12 and 13 provided also a strong focus on column technology and sample preparation in different fields while Session 14 was focused on separation tech-

nologies for bio- and pharmaceutical analysis. Moreover, Dr. Gert Desmet talked about fundamental and practical aspects of UHPLC in Tutorial 5. After lunch break, one vendor seminar of Thermo Fisher Scientific was performed. Later, three more sessions (Sessions 15, 16, and 17) and two tutorials took place (Tutorial 6 and 7). The Session 15 was the most theoretical speech, aimed to discuss instrumentation and 2D HPLC. The Sessions 16 and 17 were focused on the analysis of environmental, biological and forensic samples. Moreover, Dr. Fiona Regan shared her knowledge about the role of temperature in HPLC and the advantages of column thermostating in Tutorial 6, moreover, Tutorial 7 was based on physical origins of band broadening in modern chromatography columns, given by Dr. Martin Gilar. Thus, the day concluded with the second poster exhibition which was carried out in Aula Maxima.

Three parallel sessions started on Wednesday (Sessions 18, 19, and 20). These sessions concerned a miscellaneous of different topics like Ion Chromatography (IC) (Session 18) and the application in the production of organic and inorganic profiles from Antarctic snow samples, on the other hand, the preparation of novel pellicular stationary phases in IC. The Session 19 was focused in Omics field, where Dr. Ian Wilson presented a nice talk on LC-MS and the application in Metabolomics, Metabonomics and Metabolic phenotyping. Next, three oral presentations over the benefits of separation techniques coupled to MS in omics studies were carried out. Third parallel session (Session 20) covered the Food and Health topic and was mainly focused in the analysis and the development of different methods to evaluate food quality, food authenticity, and food fraud. Afterward, three parallel session regarding microfluidic, Process Analytical Technology (PAT) and column technology (Sessions 21, 22, and 23 respectively) took place. Meanwhile, in the morning two tutorials were exposed, the first one, was presented by Dr. Jarel L. Anderson (Tutorial 8) and his talk on the potential of molecularly imprinted polymers as solid-phase extraction sorbent (their synthesis, applications, and the on-line coupling from LC to nano-LC) and the second one was presented by Dr. Ian Wilson in a deeply talk on metabolomics in Tutorial 9. Additionally, a vendor seminar from Agilent was presented. After lunch, three parallel sessions were about electrodriven separations (Session 24), Lipidomics (Session 25) and sharing Session 26, forensic and environmental topics. Simultaneously, Tutorial 10 was presented by Dr. Mel Euerby and he spoke about the relevance of the gradient

in RP-LC. After a short break the last session of the day (Session 27) were two plenary talks, Dr. Pauline Rudd and Dr. JeanLuc Veuthey. During this day, the third poster exhibition was carried out in Main Building. To conclude the day, a Gala Dinner and Party took place in Ballymaloe restaurant where delicious typical Irish food could be tasted while listening to alive performed songs and enjoying typical Irish dancing.

The last day started with the Session 28 and the “3 minute presentations” of preselected posters presented during the congress for the Genzo Shimadzu Best Poster Award. Next, three parallel session were started after best poster competition. The Session 29 shared Omics topic, where Dr. Coral Barbas spoke about metabolomics for nutrition and related diseases, and Food and Health topic where Dr. Irena Vovk talked about MS in the analysis of bioactive compounds in plant extracts and food supplements. Besides, the analysis of trace elements was discussed in Session 30. Third parallel session (Session 31), was focused in the last studies on sample preparation. Finally, the Session 32 included three plenary lectures, awards and the closing ceremony. Dr. Wolfgang Linder opened the plenary session speaking about chromatographic enantiomer separations, Dr. Gert Desmet and his talk about an overview and the future trends on dispersion in liquid chromatographic, and the last one plenary lecture was presented by Dr. Paul R. Haddad and his talk concerning the prediction retention times in different chromatographic modes based on chemical structures.

To conclude the congress, different awards like Fritz-Pregl Medal and ChromSoc award went to Prof. Wolfgang Lindner and to Prof. Ian Wilson, respectively. Additionally, eight Genzo Shimadzu best poster awards were given. Finally a video invitation for the next appointment of 32th International Symposium on Chromatography was presented by Dr. Didier Thiébaud. The next symposium will be held from 23th to 27th September of 2018 in the Centre Expo Congrès Mandelieu in Cannes-Mandelieu, France.

Alexandra Junza Martínez, Department of Analytical Chemistry, University of Barcelona; **Raquel Pérez Míguez**, Department of Analytical Chemistry, Physical Chemistry, and Chemical Engineering, University of Alcalá, Madrid; **Romy Vásquez Villanueva**, Department of Analytical Chemistry, Physical Chemistry, and Chemical Engineering, University of Alcalá, Madrid

18TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ADVANCES IN EXTRACTION TECHNOLOGIES (EXTECH) & 22ND INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SEPARATION SCIENCES (ISSS)

The 18th International Symposium on Advances in Extraction Technologies (ExTech) & 22nd International Symposium on Separation Sciences (ISSS) were held in Torun (Poland) between 3th-6th July 2016. ExTech series started in 1999 in Waterloo (Canada), and it has been held annually around the world. The ExTech symposium is the world leading scientific meeting for sample preparation, analytical and sample clean-up techniques. The meeting is focused in the discussion and presentation of theoretical and fundamental aspects of well-established and novel technologies and materials, as well as their application to biological, pharmaceutical, clinical, forensic and environmental analysis. On the other hand, the 1st ISSS took place in Bled (Slovenia) in 1990. Since 2002, this meeting has been celebrated annually, and its main objective is the presentation of new achievements in the fields of liquid, gas and thin-layer chromatography, electrophoresis, and hyphenated techniques thereof, sample preparation and chemometrics.

During 4 days, 14 plenary, 32 key notes, and 25 oral lectures were presented for international renowned speakers of 17 countries and also 257 poster communications were presented in 4 sessions.

The scientific program began on Sunday 3th with four different workshops which were held during the morning at the Faculty of Chemistry, Nicolaus Copernicus University. In them, theoretical aspects of different extraction techniques (SPE and SPME) were described and also advanced applications and new approaches of these techniques were presented. In the afternoon, the opening ceremony took place and afterwards, Prof. Pawliszyn (Canada) opened the Session I (theoretical and fundamental aspects in separation sciences) giving an interesting overview about the behaviour of analytes in complex matrix. Afterwards, Prof. Jandera (Czech Republic) offered the most recent advances in multidimensional liquid chromatography, and finally Prof. Felinger (Hungary) and Prof. Schmitz (Germany) gave an overview about the characterization of stationary phases in liquid chromatography, and the use of ion mobility spectroscopy as an efficient separation dimension in liquid chromatography. Finally,

the first day concluded with a nice welcome cocktail for all the participants.

On Monday, the day began with the plenary lecture of Prof. Stashenko (Colombia), talking about the analysis of complex mixtures of secondary metabolites from exotic plants. Afterwards, Session II & III (biological and environmental sample preparation and analysis) were placed in parallel sessions. In the Session II, recent trends in liquid-phase microextraction was presented by Prof. Pedresen-Bjergaard (Norway), Prof. Mills (United Kingdom) talked about the passive sampling for the analysis of emerging pollutants in water, and finally Prof. Chimuka revised the classical Soxhlet extraction in combination with molecularly imprinted polymers as a novel extraction technology. In Session II, 3 keynotes were presented. In the first of them, Prof. Maruska (Lithuania) presented methodologies, techniques and devices for bioanalysis, afterwards Prof. Poliwoda (Poland) showed an overview of sample pretreatment methods used for the determination of phytoestrogens in urine samples. The last keynote was presented by Prof. De Bubba (Italy) who showed different procedures to analyze micropollutants in the environment. After that, the first poster session took place during the coffee break, where more than 125 posters were presented and exhibited. In the second part of the morning Session IV (theoretical and fundamental aspects of extraction techniques) and Session V (emerging contaminants of natural samples) were held, in two interesting parallel sessions. In Session IV, the first lecture was presented by Prof. Nogueira (Portugal) talking about new strategies for sorption-based methods. Afterwards, Prof. Psillakis (Greece) showed an overview of the vacuum-assisted-HSSPME technique. The next oral presentation was about new strategies for miniaturized on-line LC techniques presented by Prof. Campins-Falco (Spain), and the last oral presentation was presented by Prof. Madej (Poland) talking about different strategies for the analysis of biological samples. Regarding the Session V, it began with Prof. Kee Lee (Singapore) talking about the development of automated systems for monitor water, followed by Prof. Bruzzoniti (Italy) showing new perspectives in environmental water remediation. Afterwards, Prof. Coman (Romania) and Prof. Gersik (Ukraine) talked about the specific pollutants in the Romanian Tizsa River and their bioremediation. Finally, the session fin-

ished with the oral presentation of Prof. Vrana (Czech Republic) about the use of passive sampling devices for the toxicological screening of the Danube River. In the afternoon and after the lunch, the Session VI (miniaturization and hyphenated techniques) took place. Prof. Fanali (Italy) opened the afternoon lectures giving an overview of the miniaturized techniques and the future trends. After that, Prof. Edge (UK) showed a practical application of HILIC for the analysis of polar compounds. The next lecture was presented by Prof. Trafkowski (Germany) talking about hyphenated techniques for routine use. Afterwards, Prof. Pichon (France) presented enzymatic microreactors for the analysis of proteins. The two last lectures were presented by Prof. Buszewska-Forajta (Poland) and Prof. Matczuch (Poland) who talked about the identification of compounds from insects and the application of mass spectrometry based techniques to investigate anticancer metallocomplexes, respectively. After this intense day of conferences the participants were invited to a nice revel in the Ethnographic Museum of Torun, where all participants could enjoy a good time and live music.

Tuesday started with the plenary lecture presented by Prof. Górecki (Canada) on the session dealing with new technologies, techniques and automated analytical systems. Continuing with this topic, two parallel sessions (VII and VIII) of three conferences each one were held. To begin session VII, Prof. Thiébaud (France) spoke about new approaches to replace conventional gas chromatographs by silicon based micro machined columns. In particular, he and his group developed silica monolith and sputtered stationary phases. Next, Prof. Jiang (China) explained the preparation of novel zwitterionic hilic monolithic columns. To conclude this session, Prof. Szumski (Poland) reported their achievements in preparation, evaluation and applications of new monolithic stationary phases, applied to capillary LC and sample preparation. At the same time, session VIII took place. Prof. Vovk (Slovenia) opened this session presenting different methods for the analysis of proanthocyanidins in plant and food samples. Subsequently, Prof. Malinowska (Poland) described diverse chromatographic procedures to determine biological properties of active compounds. Finally, Prof. Klebovich (Hungary) described how to determine Drug - Alcohol, -Caffeine and -Smoking interactions thanks to hyphenated bioanalytical techniques. Afterwards, a

coffee break was made. Then, two parallel sessions (IX and X) of five key lectures each one were held. Session IX concerned with microextraction and microseparation, mainly focused on solid-phase microextraction. Session X addressed biomedical, bioanalytical applications and diagnostic tools.

Six oral communications dealing with bioseparation techniques in the analysis of food and natural samples opened the afternoon. Following these communications presented by Prof. Bojko (Poland), Prof. Brzózka (Poland), Prof. Malik (USA), Prof. Kaljurand (Estonia), Prof. Ouadah (France) and Prof. Karpińska (Poland), three poster sessions were conducted. One of them, about theoretical and fundamental aspects in separation sciences & extraction technologies, had 44 posters, while the next one, dealing with new technologies, techniques and automated analytical systems, had 35 and the last one, which addressed new devices and techniques for sample preparation, had 46 posters. To conclude the day, a nice banquet was celebrated in the Cultural and Congress Centre – Jordanki, which was enlivened by a musical group.

Last day, Wednesday 6th July, began with the plenary lecture of Prof. Mondello (Italy), who talked about a miniaturized liquid chromatography (LC) system, nanoLC, coupled to electron ionization mass spectrometry (EI-MS). Successively, two parallel sessions of three oral communications each one took place. All of them treated about separation techniques applied to the analysis of food and natural samples. Prof. Llompart (Spain) presented her work related to new extraction approaches for the analysis of personal care products. Prof. Jeleń (Poland) spoke about extraction of volatile metabolites from Brassica vegetables and Prof. Husseini (Lebanon) presented an extraction method to determine PAHs in chicken. On the parallel session, Prof. Weiss (Austria) discussed the use of UHPLC coupled with Charged Aerosol Detection (CAD) to detect compounds from natural products. Prof. Skalicka-Woźniak (Poland) presented the separation of coumarins and terpenoids from plant matrix with high performance counter-current chromatography (HPCCC) coupled with HPLC/DAD/ESI-TOF or GC-MS. Lastly, before the coffee break, Prof. Simon (USA) showed a new method of odour identification using canines for future use in the field of environmental substance detection. After the pause, two parallel sessions with 5 oral presentations were held. One of them about new extraction phases and remote sensing,

and the other one about new separation phases & hyphenated techniques.

Prof. Berek (Slovakia) was in charge of opening the last session of the congress, regarding separation sciences in theory and praxis. His tutorial lecture addressed molecular characterization of block copolymers by liquid chromatography. Next, Prof. Knopp (Germany) spoke about the depletion of cyanotoxin microcystin-leucine-arginine (MC-LR) from surface water using plantibody-doped porous biofilters. Following, Prof. Corradini (Italy) discussed the factors affecting electrophoretic and chromatographic analysis with the aim of developing novel analytical separation methods for the identification and quantification of phytochemicals in plant extracts and foodstuff. Finally,

Prof. Rosenberg (Austria) gave the last plenary lecture. He exposed his work based on the characterization of the organic electrolyte of the lithium ion batteries and its volatile degradation products by GC/MS and HPLC/MS.

To conclude the ExTech & ISSS'2016, the closing ceremony took place, where next ExTech'2017, which will be held in Santiago de Compostela (Spain), and ISSS'2017, in Innsbruck (Austria), were presented.

María Celeiro Montero y Marlene Vila González.

Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Soluciones Analíticas (LIDSA). Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología. Facultad de Química, Universidade de Santiago de Compostela.

6th EuCheMS CHEMISTRY CONGRESS

The sixth edition of the European Chemistry Congress was held for the first time in Spain, taking place in the city of Seville from 11th to 15th September 2016. Organized biennially by the European Association for Chemical and Molecular Sciences (EuCheMS) and the National Chemists Association of Spain (ANQUE), the EuCheMS Congresses have the main objective of gathering scientists with various professional backgrounds from different countries of Europe, and from all areas of chemistry to discuss recent advances in chemical sciences, promote collaborations between different fields of chemistry and exchange ideas to increase the impact of chemical research in our society.

Located in the Palace of Exhibition and Conferences (FIBES) in the east of Seville, the congress started on Sunday afternoon with the opening ceremony under the slogan *Chemistry creating future*. Welcoming talks were given by the European Commission official Søren Bøwadt, the President of the EuCheMS David Cole-Hamilton, ANQUE's President Ernesto Castañeda, Peter Edwards, Carlos Negro, Pedro Miró, José Sánchez Maldonado and Carmen Castreño, who as First Deputy Mayor of Seville, gave a "warm welcome to their warm city". The first Plenary Lecture was given by the 2005 Chemistry Nobel Laureate Richard Shrock, presenting the Recent Advances in Olefin Metathesis. This interesting talk was followed by the Plenary Lecture of Gérard Férey about metal-organic frameworks, covering the progress made from their initial development to the sev-

eral applications that these new materials have found throughout the years up to present day.

Also during this ceremony, both the EuCheMS and the Royal Society of Chemistry Spiers Memorial awards were granted. At the end of the day, the exhibition was inaugurated with a welcoming cocktail in the presence of several organizations and industry companies such as Wiley, Springer, the American Chemical Society, Cepsa, Dow Chemicals, among others.

The following days started with a Plenary Lecture succeeded by parallel Topic Plenaries, which in turn preceded oral parallel sessions divided in 8 topics:

- A. Education and Society
- B. The Environment, Energy, and Sustainability
- C. New Chemical Compounds: Synthesis, Methods and Industrial Processes
- D. Catalysis, Industry and Applications
- E. Materials, Devices and Nanochemistry
- F. Properties of Matter
- G. Physical, Analytical and Experimental Methods in Chemistry
- H. Chemistry in the Life Sciences

In general, the conference included 9 Plenary Lectures presented by top world leading scientists and Nobel Laureates, and 29 Topic Plenary Lectures from internationally renowned speakers. For each topic, oral sessions were held in the morning and the afternoon after the coffee break and lunch, always opened by an invited

speaker expert in the area and followed by oral keynotes, oral communications and short oral contributions; these last ones giving the opportunity to students to present their works.

Within the extensive scientific program, the themes related to the analytical chemistry field were discussed throughout the congress in the different Topics, in particular Topic G. An important contribution was the Topic Plenary about advances on plasma ion sources and mass analysers presented by Alfredo Sanz-Medel, with emphasis on the applications in chemical speciation and proteomics in the field of biosciences. The use of immunoplatforms for the determination of early alarm biomarkers was discussed, as well as the features and applications of Pulsed Glow Discharge-Mass Spectrometry, developed by his research group.

For those specialized in the development of methods, the subtopic G1 sessions that took place on Monday and Tuesday were very useful and interesting, because it included communications related to new automatic sorptive sample treatment procedures, the monitoring of analytes by new electrochemical and spectroscopic approaches, advances in the determination of cytostatics, pharmaceuticals, quiral compounds, among other subjects. On Tuesday, some of the discussion focused on chemometric methods and data analysis, especially within the omic sciences. On Thursday, the subtopic B4 dedicated to food chemistry also included some discussion on the development of analytical methods and recent advances in this field. Furthermore, the use of different mass spectrometry-based methodologies for different applications prevailed in several Topics from different chemistry fields. The development of new materials, new chromatography phases, biosensors, devices and advances in nanotechnology also contributed to analytical discussions, broadening the knowledge of the analytical chemists attending the congress.

Each day was closed with an important Plenary Lecture followed by the special activity scheduled for the day. In this sense, the first poster session was planned for Monday, covering the topics A, B, C and D. By night, the social program included a concert in the Cathedral of Seville, considered the largest Gothic cathedral and the third largest church in the world. Wednesday was the second poster session with posters of topics E, F, G and H and later by night, the farewell dinner was held at the Royal Alcázar of Seville or the Terraza Abades Triana in front of the Guadalquivir River. It must be said, that The

Royal Alcázar is the oldest palace in Europe that is still in use as such, being a World Heritage Site together with the Cathedral and the General Archive of the Indies for its historical and architectural value.

The last day, Thursday, was different from the rest because it started directly with the oral sessions, which lasted until lunch. In the afternoon, Katherina Al-Shamery introduced the last Plenary Lecture presented by Ben Feringa, recipient of the August Wilhelm von Hofmann Denkmunze of GDCh Award. His very inspirational talk on Dynamic Molecular Systems treated subjects like controlled drug deliver self healing materials, nanotubes powered by sugar, responsive materials, smart drugs, photopharmacology, drugs activated by light, among several inventions with potential applications in the medical field, catalysis and even the environment. Inviting us to imagine the unimaginable, the scientific program ended. After this, the European Young Chemist Awards (EYCA) was granted followed by the closing ceremony.

An important part of this conference was the space focused to the students through the Career Days program. With the objective of giving tools and ideas to young researchers for the creation of a successful career, several lectures were offered parallel to the scientific program of the congress, focused on innovation, resume building, entrepreneurship, design of scientific presentations, and publishing. Monday evening, a reception was held to promote career networking.

With around 75 invited speakers, 51 Keynote communications, 440 oral presentations, 252 short oral presentations and 854 posters, the 6th EuCheMS gathered a large number of scientists from different fields in a congress with a strong presence from the industrial sector and representatives of society. Each attendant took home a great scientific experience and memories of a cheerful city full of kind people. For senior scientists, it was an opportunity for creating collaborations and taking ideas from other fields of chemistry into their research. For young scientists, it was a great opportunity for learning new skills and broadening the general knowledge related to global progress in chemistry. For everybody, it was a reminder of the importance of the work we do every day, for the society outside our laboratories.

Daniela Salas Acosta, *Department of Analytical and Organic Chemistry, Faculty of Chemistry, Universitat Rovira i Virgili, Tarragona.*

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

- 1. SCM 8: 8th International Symposium on the Separation and Characterization of Natural and Synthetic Macromolecules**
1-7 Febrero de 2017. Amsterdam (Holanda)

Contacto: Peter Schoenmakers
info@scm-8.nl
http://www.scm-8.nl/
- 2. Pittcon 2017. Conference & Exposition**
5-9 Marzo de 2017. Chicago, Illinois (EE.UU.)

Contacto: info@pittcon.org
http://pittcon.org/pittcon-2017/
- 3. MSB 2017: 33rd International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis**
26-29 Marzo de 2017. Noordwijkerhout (Holanda)

Co-chairs: Govert Somsen y Rawi Ramautar
Contacto: infor@msb2017.org
http://www.msb2017.org/
- 4. SETAC Europa 2017: 27th Annual Meeting**
7-11 Mayo de 2017. Bruselas (Bélgica)

Co-chairs: K. De Schampelaere, Gertie Arts y Ilse Schoeters.
http://brussels.setac.org/
- 5. 41st International Symposium on Capillary Chromatography (ISCC) and the 14th GCxGC Symposium**
14-19 Mayo de 2017. Fort Worth, Texas (EE.UU.)

Chair: Daniel W. Armstrong
Contacto: info@isccgcxgc.com
http://www.isccgcxgc.com/
- 6. HPLC 2017: 45nd International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**
18-22 Junio de 2017. Praga (Chequia)

Chairmen: Michal Holčapek y František Foret
Secretaría: info@hplc2017-prague.org
http://www.hplc2017-prague.org/
- 7. ExTech2017: 19th International Symposium on Advances in Extraction Technologies**
27-30 Junio de 2017. Santiago de Compostela (A Coruña)

Co-chairs: María Llompart y Thierry Dagnac
Contacto: info@extech2017.es
http://extech2017.es/
- 8. PREP 2017: 30th International Symposium on Preparative and Process Chromatography**
16-19 Julio de 2017. Filadelfia, PA (EE.UU.)

Chair: Giorgio Carta
Secretary: Ms. Janet Cunningham
janet@barrconferences.com
http://www.prepsymposium.org/
- 9. Dioxin 2017: 37th International Symposium on Halogenated Environmental Organic Pollutants and Persistent Organic Pollutants (POPs)**
20-25 Agosto de 2017. Vancouver (Canadá)

Co-Chairs: Mehran Alaei y Eric Reiner
Secretaría: registration@dioxin2017.org
http://www.dioxin2017.org/
- 10. Euroanalysis 2017: XIXth European Conference on Analytical Chemistry**
28 Agosto-1 Septiembre 2017. Estocolmo (Suecia)

Contacto: ulrika.orn@kemisamfundet.se
http://euroanalysis2017.se/
- 11. HPLC 2017: 46th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**
5-9 Noviembre de 2017. Jeju (Corea del Sur)

Chair: Doo Soo chung
Secretaría: hplc2017@gmail.com
http://www.hplc2017-jeju.org
- 12. RAFA 2017: 8th Recent Advances in Food Analysis**
7-10 Noviembre de 2017. Praga (República Checa)

Co-chairs: Jana Hajslova and Michel Nielen
http://www.rafa2017.eu/



INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

ARTÍCULOS DE INTERÉS

EMPLEO DE TÉCNICAS CROMATOGRÁFICAS Y ESPECTROMÉTRICAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE OLIGOSACÁRIDOS BIOACTIVOS DE LECHE.

En los últimos años, un gran número de estudios confirman la importancia que tiene la microbiota intestinal en la salud gastrointestinal y el bienestar del hospedador. Recientemente, se ha demostrado que diversas enfermedades, tales como colitis ulcerosa, inflamación, cáncer, etc., están relacionadas con alteraciones en la composición de la microbiota intestinal, mientras que cepas de determinadas especies pertenecientes a los géneros *Bifidobacterium* y *Lactobacillus*, entre otros, pueden ejercer efectos beneficiosos sobre estos trastornos mediante modulación de las funciones fisiológicas, metabólicas e inmunológicas del hospedador.

Es por tanto, que el estudio de carbohidratos prebióticos, capaces de modular la composición de la microbiota intestinal con el fin de mejorar la salud gastrointestinal del hospedador, esté cobrando un gran interés. Entre las fuentes más ricas en carbohidratos con potencial efecto prebiótico se encuentra la leche humana. Sin embargo, la identificación de estos oligosacáridos sigue siendo en la actualidad un gran desafío debido a su complejidad estructural y sus propiedades químicas únicas. Del mismo modo, la leche de otros mamíferos como la de vaca o cabra también presenta, en menor cantidad, estos oligosacáridos prebióticos, con lo que su estudio puede aportar más información acerca del beneficio que suponen.

Por tanto, para poder llevar a cabo el análisis cuali- y cuantitativo de estas mezclas isoméricas complejas se hace imprescindible el empleo de técnicas analíticas que proporcionen alta sensibilidad, gran reproducibilidad y alta eficacia. La cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC) es una de las técnicas más apropiadas para la separación de estos compuestos altamente polares. La espectrometría de masas (MS) por su parte ha demostrado ser una técnica extremadamente útil para la identificación de distintos compuestos y se ha aplicado con éxito en los últimos años para la identificación y cuantificación de oligosacáridos de leche, dando como resultado una información más completa sobre su composición.

A continuación, se reseñan tres trabajos recientes en los que se muestra el gran poder de la cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas o directamente de la espectrometría de masas para el análisis de oligosacáridos de muestras de leche de distintos orígenes.

“Novel High-Molecular Weight Fucosylated Milk Oligosaccharides Identified in Dairy Streams”

Raj Mehra, Daniela Barile, Mariarosaria Marotta, Carlito B. Lebrilla, Caroline Chu, J. Bruce German. *PloS ONE*, 2014, 9, 5

El objetivo de este trabajo se ha centrado en el análisis de los oligosacáridos presentes en muestras de suero de leche bovina en las que se ha eliminado la lactosa mediante cristalización, como subproducto de la industria láctea. Previo a su análisis las muestras de leche fueron sometidas a un tratamiento por centrifugación a gran escala, filtración con membrana y extracción en fase sólida que permitió la concentración y purificación de la fracción de oligosacáridos.

Los análisis se llevaron a cabo mediante espectrometría de masas de resonancia ion-ciclotrón con transformada de Fourier (FT-ICR MS) en modo de ionización positivo. Gracias a la información proporcionada por los espectros de masas obtenidos mediante Disociación Inducida por Colisión (CID), se consiguieron identificar 25 oligosacáridos con gran variabilidad estructural. Esta técnica permitió corroborar la presencia de oligosacáridos previamente detectados en suero de leche de vaca y en leche y calostro de esta especie y además identificar nuevos oligosacáridos de alto peso molecular (aductos $[M+Na]^+$ entre 1257 y 1891 m/z). De entre los oligosacáridos detectados, 18 correspondieron a los oligosacáridos más abundantes presentes en la leche humana. Es de destacar también la identificación por primera vez de 6 oligosacáridos de alto peso molecular que contenían fucosa, monómero abundante en leche humana pero que raramente se ha detectado en leche de vaca.

Este estudio demuestra la utilidad de la espectrometría de masas de alta resolución y alta sensibilidad para el análisis de oligosacáridos de alto peso molecular en suero de leche de vaca. Los resultados muestra-

dos en este artículo enfatizan la importancia de este producto para el desarrollo comercial de ingredientes lácteos en alimentos funcionales que reproducen los beneficios de la leche humana.

“Qualitative and Quantitative Analysis Of *N*-Acetyllactosamine and Lacto-*N*-Biose, the two Major Building Blocks of Human Milk Oligosaccharides In Human Milk Samples by High-Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry Using a Porous Graphitic Carbon Column”

Réka Balogh, Péter Jankovics, Szabolcs Béni. Journal Chromatography A, 2015, 1422, 140-146.

En este trabajo se pretendió estudiar dos de los compuestos principales presentes en leche humana: lacto-*N*-biosa (LNB) y la *N*-acetil-lactosamina (LacNAc). La técnica de elección fue la HPLC-MS con un analizador de triple cuadrupolo, considerando los beneficios en cuanto a resolución y capacidad de identificación de esta técnica. Previo al análisis las muestras de leche fueron sometidas a un fraccionamiento mediante cromatografía de exclusión molecular y extracción en fase sólida, purificando así la fracción de carbohidratos de interés. Para optimizar el método, probaron diferentes columnas con distintas fases estacionarias basadas en cromatografía de interacción hidrofílica (HILIC), fase inversa y carbón grafitizado. Los mejores resultados se obtuvieron empleando esta última columna ya que permitió una mejor separación de los compuestos de interés.

En cuanto a la fase móvil utilizada, la mejor separación se produjo empleando metanol/agua con ácido fórmico como aditivo. En estas condiciones se obtuvieron picos cromatográficos con mejor forma y se incrementó la eficacia de la ionización.

Tanto la LNB como la LacNAc tienen un patrón de fragmentación similar y ninguno presenta iones típicos de fragmentación que permitan diferenciarlos con facilidad. Es por esto que una buena técnica de separación facilita la diferenciación para su correcta identificación. Gracias a este método optimizado y validado, los autores fueron capaces de identificar y cuantificar ambos disacáridos en leche humana y estudiar su evolución durante la primera semana de lactación por primera vez.

“On-Line High-Performance Liquid Chromatography–Fluorescence Detection–Electrospray Ionization–Mass Spectrometry Profiling of Human Milk Oligosaccharides Derivatized With 2-Aminoacridone”

Fabio Galeotti, Giovanni V. Coppa, Lucia Zampini, Francesca Maccari, Tiziana Galeazzi, Lucia Padella, Lucia Santoro, Orazio Gabrielli, Nicola Volpi. Analytical Biochemistry, 2012, 430, 97-104

En este último trabajo los autores proponen un método mediante HPLC con detector de fluorescencia acoplado directamente a un espectrómetro de masas con analizador de trampa de iones (HPLC-Fd-MS) para el análisis de los principales oligosacáridos de la leche humana. En primer lugar se optimizó el método empleando distintos patrones de oligosacáridos, tanto ácidos como neutros incluyendo fucosilados, y una columna de fase estacionaria HILIC. Los oligosacáridos se derivatizaron previo a su inyección con 2-aminoacridona (AMAC; agente fluoróforo).

El método optimizado y validado se aplicó al análisis de oligosacáridos de distintas leches humanas. Dichas muestras se sometieron a un proceso muy sencillo y rápido de preparación de muestra, basado únicamente en su centrifugación y filtración para posteriormente ser derivatizadas con AMAC. Aunque la detección fluorescente permitió identificar algunos oligosacáridos en base a su tiempo de retención, la confirmación de sus estructuras se llevó a cabo gracias al estudio de sus espectros de masas. El método desarrollado permitió identificar un total de 22 oligosacáridos, sin ninguna interferencia del exceso de fluoróforo o de las proteínas, péptidos, sales y otras impurezas normalmente presentes en la leche.

Andrea Martín Ortiz
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)



EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- **AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.**
Ctra. A-6, km 18,200
28230 LAS ROZAS
(Madrid)
- **BRUKER ESPAÑOLA, S.A.**
Avda. Marie Curie, 5, Edificio Alfa - Pta. Baja
Parque Empresarial Rivas Futura
28529 RIVAS-VACIAMADRID
(Madrid)
- **PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L.**
Avda. de los Encuartes, 19
28760 TRES CANTOS
(Madrid)
- **TEKNOKROMA ANALÍTICA, S.A.**
Camí de Can Calders, 14
08173 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- **THERMO FISHER SCIENTIFIC**
Avda. de la Vega, 1
Edificio 1 Planta 4
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.**
Ronda Can Fatjó, 7-A
Parc Tecnologic del Vallés
08290 CERDANYOLA DEL VALLES
(Barcelona)

ASOCIADAS

- **INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.**
Avenida Cerdanyola, 73
08172 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(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)
- **MILLIPORE IBÉRICA, S.A.U.**
Avda. de Burgos, 144
28050 MADRID
- **PHENOMENEX ESPAÑA**
Rafael Bergamín, 16
28043 MADRID
- **SCHARLAB, S.L.**
Gato Pérez, 33
Polígono Industrial Mas D'en Cisa
08181 SENTMENAT (Barcelona)
- **AB SCIEX SPAIN, S.L.**
Valgrande, 8
Edificio Thanworth II, Nave B1A
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **SERVICIO Y MANTENIMIENTO DE
TÉCNICAS ANALÍTICAS, S.A.L. (SYMTA,
S.A.L.)**
San Máximo, 31
28041 MADRID
- **S. E. DE CARBUROS METÁLICOS S.A.**
Avda. de la Fama, 1
08940 CORNELLÀ DE LLOBREGAT
(Barcelona)
oferta@carburos.com
- **SUGELABOR**
Sicilia, 36
28038 MADRID

NOTA TÉCNICA

Thermo

SCIENTIFIC

LA ALTA RESOLUCIÓN DE MASA ES ESENCIAL PARA UNA IDENTIFICACIÓN Y DETECCIÓN DE COMPUESTOS CON LA MÁXIMA CONFIANZA.

D. Fco. Javier Rodríguez

Especialista de ventas en cromatografía, Thermo Fisher Scientific

Los laboratorios, tanto de investigación como de análisis de rutina, se encuentran con una presión mayor cada día para producir resultados en menos tiempo, mientras se mantienen altos niveles de confianza en los resultados. La mayoría de los ensayos se basan en aproximaciones de cuantificación dirigida, empleando tanto cromatografía de gases (GC) como cromatografía líquida (LC) acoplada a espectrometría de masas (MS) de triple cuadrupolo. Estas técnicas cubren el amplio rango de familias químicas que deben ser analizadas a los niveles solicitados de sensibilidad y selectividad. Sin embargo, están limitados a los compuestos que se encuentran en la lista de adquisición y requieren una cuidadosa optimización de los parámetros de adquisición para cada compuesto. La espectrometría de masas de alta resolución en modo full scan, empleando la tecnología Orbitrap, proporciona la solución a:

- La demanda de cuantificación e identificación de un número cada vez mayor de compuestos en un mismo análisis.
- El análisis retrospectivo de las muestras mucho tiempo después de su adquisición.
- La identificación y la elucidación de la composición química y la estructura de compuestos desconocidos.

Hasta ahora, la tecnología de espectrometría de masas de alta resolución Orbitrap sólo ha estado disponible con LC y ha demostrado ser una técnica de un alto valor analítico. La tecnología de espectrometría de masas Orbitrap ha sido ahora acoplada a GC en el nuevo sistema Q Exactive™ GC, el cual es un híbrido de cuadrupolo con analizador Orbitrap. La nueva configuración de sobremesa de un espectrómetro de masas híbrido cuadrupolo-

Orbitrap abre nuevas posibilidades para los compuestos que son analizables por GC. Los siguientes ejemplos resaltan los beneficios de la MS de alta resolución acoplada a GC.

El impacto de la resolución de masa en la selectividad para análisis dirigidos

Los experimentos de masa exacta en alta resolución (HR/AM) típicamente comprenden el análisis en modo full scan de una muestra, y para el análisis de moléculas pequeñas el rango de barrido suele ser de 50 – 1.000 Da. La tecnología Orbitrap proporciona la selectividad necesaria para resolver los compuestos seleccionados de otros compuestos o de los iones de la matriz que tengan masa similar. Para el análisis dirigido de nuestros compuestos, la masa exacta del ión diagnóstico es extraída en una estrecha ventana de extracción (típicamente < 5 ppm). Esta ventana estrecha sólo es posible cuando el instrumento proporciona suficiente exactitud de masa, para lo cual un alto poder de resolución de masa es esencial.

Sin embargo, cuando dos perfiles de masa se superponen, el perfil de masa que se mide es la suma de los dos perfiles individuales. La superposición resulta en un asignamiento incorrecto de la masa del compuesto buscado. Vamos a poner unos ejemplos de análisis de pesticidas en extractos vegetales. El problema se muestra en la Figura 1, donde un extracto QuEChERS de puerro en acetonitrilo es analizado cuatro veces a un poder de resolución de 15K, 30K, 60K y 120K (m/z 200).

El espectro de masas muestra el pesticida chlorpropham (m/z 127.01833) y un ión de fondo de la matriz a una masa similar creando una interferencia. Se consigue una excelente exactitud de masa para el chlorpropham a 60K y a 120K, resolviendo el ión prácticamente hasta línea base. Sin embargo, a 15K y a 30K el chlorpropham no fue suficientemente resuelto de la interferencia, lo que resultó en una pobre asignación de la masa exacta. A 15K, la exactitud de masa estaba afectada de modo significativo con un valor de diferencia de masa de 15,92 ppm. Bajo el criterio típico de identificación en screening de compuestos de una diferencia de masa < 5 ppm, e incluso bajo una tolerancia amplia de 10 ppm, esta diferencia de masa habría resultado en un falso negativo (no detectado) para este pesticida. Este ejemplo claramente demuestra que un mínimo poder de resolución es necesario. Dicho poder de resolución depende de la complejidad de la muestra analizada y de la concentración de ambos: el analito y las interferencias.

Manteniendo la sensibilidad en alta resolución

Con otros tipos de tecnologías GC-MS, el incremento de la resolución de masa resulta en una disminución de la transmisión de los iones por el analizador. Consecuentemente, la sensibilidad de las medidas puede verse afectada. Para una cuantificación y screening de compuestos a bajas concentraciones en matrices complejas, es esencial mantener la sensibilidad del instrumento mientras se trabaja a un alto poder de resolución. En la **Figura 1**, se demostró la necesidad de una alta resolución. Es esencial también mantener la sensibilidad a los modos de alta resolución de 60K y 120K. El sistema Q Exactive GC no pierde intensidad de señal al incrementar la resolución del modo que sí ocurre en otros tipos de espectrómetros de masas. En la **Figura 2** se muestra un ejemplo de tres pesticidas (chlorbenzilate, fipronil y pendimethalin) y las respuestas correspondientes a las áreas de pico a una concentración de 10 ng/g en extractos QuEChERS de zanahoria en acetonitrilo. Los extractos se analizaron en los modos de resolución 15, 60 y 120K en full scan. Las áreas absolutas de pico se mantuvieron en los distintos modos de resolución. Esta consistencia proporciona la resolución de masa superior necesaria para obtener una excelente exactitud de masa sin sacrificar la sensibilidad.

Alta resolución para la identificación de compuestos desconocidos

Una de las ventajas de trabajar en modo full scan con exactitud de masa es que los datos pueden ser interrogados retrospectivamente y los picos potencialmente desconocidos pueden ser identificados. La exactitud de masa de un ión permite proponer una composición elemental basada en la medida de su masa exacta y en la distribución isotópica. El número de posibles fórmulas químicas que obtenemos está basado en los elementos que proponemos en el calculador de fórmulas y en la calidad de los datos espectrales. Las medidas en alta resolución con una exactitud sub 1 ppm aceleran el proceso de identificación, reduciendo el número de fórmulas propuestas a una cantidad manejable. Este proceso queda ilustrado en la **Figura 3**, donde un ión de masa 304,10058 es procesado con el calculador de fórmula elemental y los hits fueron calculados teniendo en cuenta los siguientes elementos: Carbono 1-50, Hidrógeno 1-50, Oxígeno 1-20, Nitrógeno 1-20, Fósforo 1-10 y Azufre 1-10.

Se emplearon diferentes tolerancias de masa desde 0,5 a 10 ppm para sugerir la posible fórmula. El número de hits aparece en la **Figura 3**. Como era de esperar, a mayor tolerancia, mayor es el número de posibles fórmulas propuestas. Por ejemplo, a 10 ppm, se proponen 60

posibles hits. Incluso a una tolerancia relativamente baja de 3 ppm, 20 fórmulas elementales se ajustan al criterio seleccionado.

Sin embargo, con la exactitud de masa sub-ppm esperada del sistema Q Exactive GC, el número queda limitado a dos fórmulas a 0,5 ppm. La primera fórmula sugerida para esta masa es $C_{12}H_{21}O_3N_2PS$, con un error de masa de 0,3 ppm, y cuando se busca esta fórmula en la base de datos on-line ChemSpider, el top hit coincide con el pesticida diazinon. Esta identificación puede confirmarse posteriormente con la investigación de los iones fragmento, comparando los datos con librerías espectrales de un modo sencillo, ya que los datos están adquiridos con una fuente de impacto electrónico (EI).

Conclusiones

Con un ultra-alto poder de resolución en rutina y una consistente exactitud de masa sub-ppm, el espectrómetro de masas Q Exactive GC de Thermo Scientific es una herramienta de laboratorio única, de aplicación para descubrimiento de compuestos, screening, cuantificación, identificación de compuestos y para aplicaciones de elucidación estructural.

La resolución de masas de al menos 60.000 FWHM (a m/z 200) es necesaria de modo rutinario para resolver todos los compuestos de los iones interferentes de la matriz o de iones de masa similar. Esta resolución es esencial para la identificación con confianza de nuestros compuestos.

El sistema Q Exactive GC proporciona alta sensibilidad en matrices complejas y, muy importante, la sensibilidad se mantiene en todos los modos de resolución empleados (15 – 120K).

Una exactitud de masa excelente sub-ppm acelera la identificación de picos desconocidos, permitiendo el uso de tolerancias de masa muy estrechas.

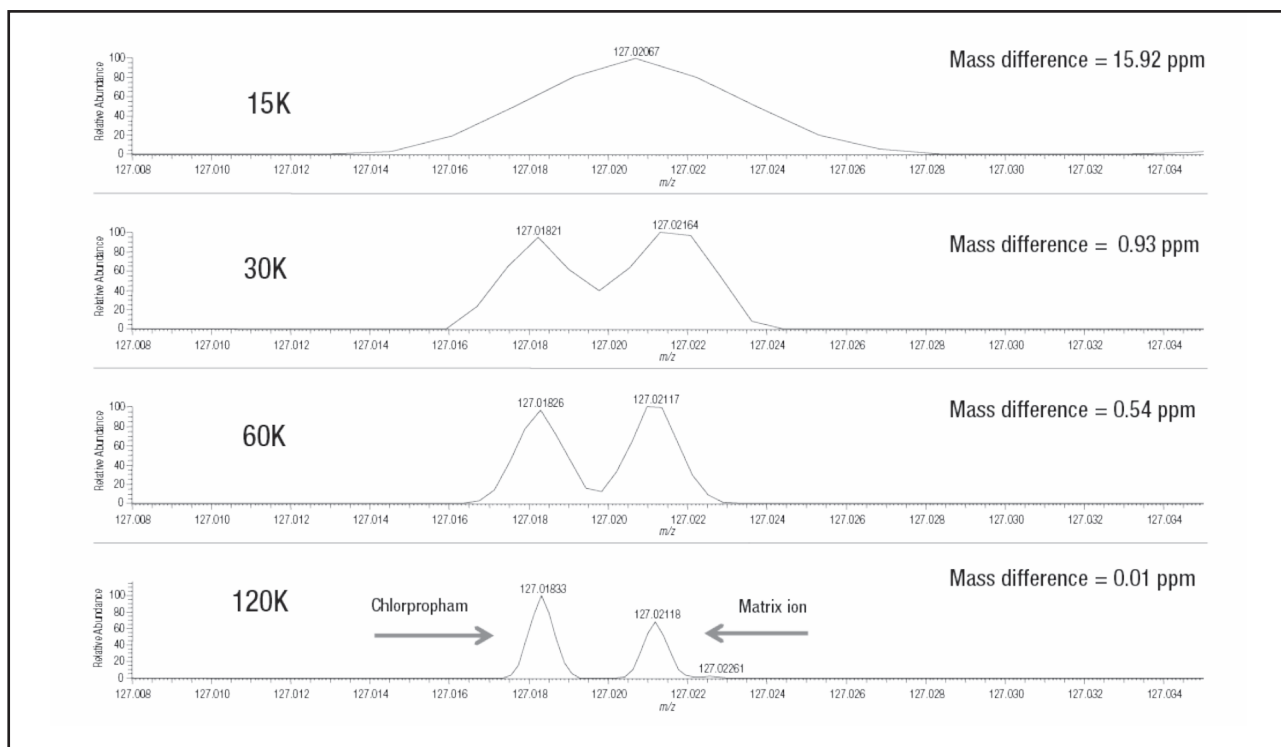


Figura 1. Efecto del poder de resolución en la exactitud de masa de un analito en una matriz. Los perfiles de masa del chlorophoram a 10 ng/g en puerro son adquiridos a resolución 15K, 30K, 60K y 120K. La interferencia de matriz a 15K y a 30K produce una diferencia de masa más alta de la esperada. El chlorophoram se resuelve a 60K y 120K con una mejora en la exactitud de masa. Bajo el criterio normal de screening este pesticida no habría sido detectado (falso negativo).

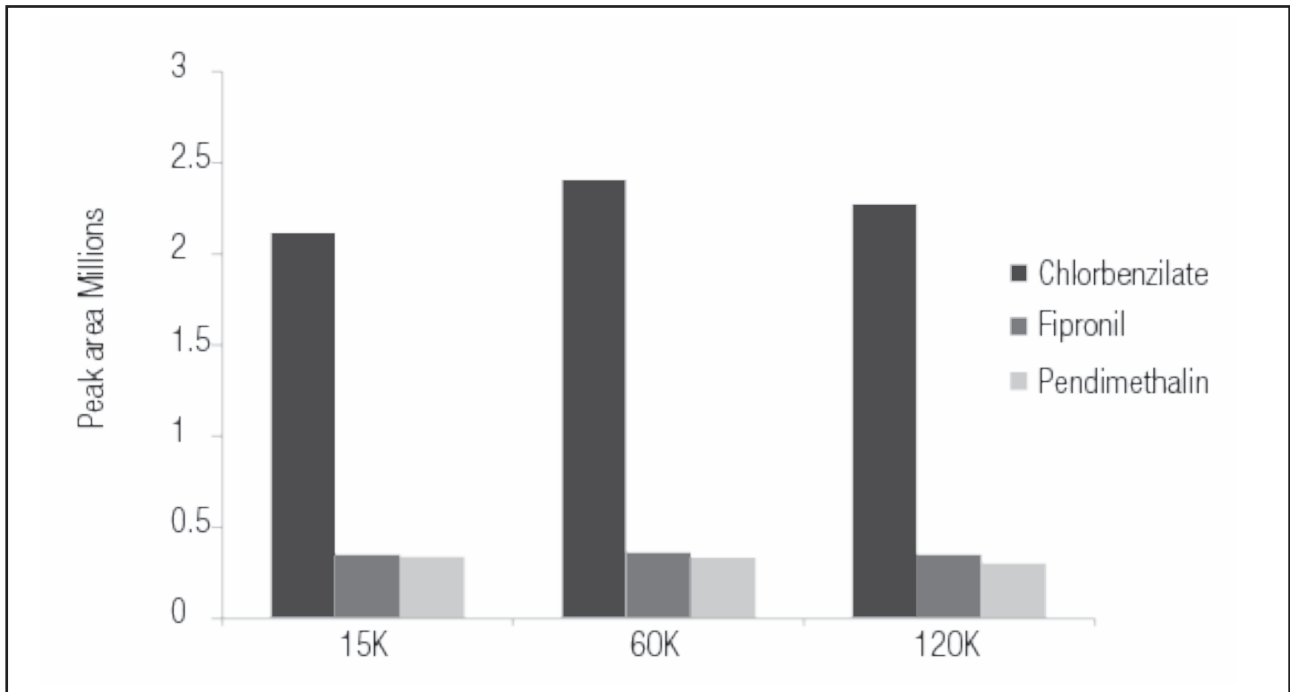


Figura 2. Chlorbenzilate, fipronil y pendimethalin en un extracto QhEChERS de zanahoria a una concentración de 10 ng/g mostrando las respuestas de área de pico obtenidas a resolución 15, 60 y 120K FWHM (m/z 200). La sensibilidad se mantiene a lo largo de los distintos modos de resolución, tanto para los compuestos que producen una alta como una baja respuesta. Un mínimo de 12 scans/pico se mantiene.

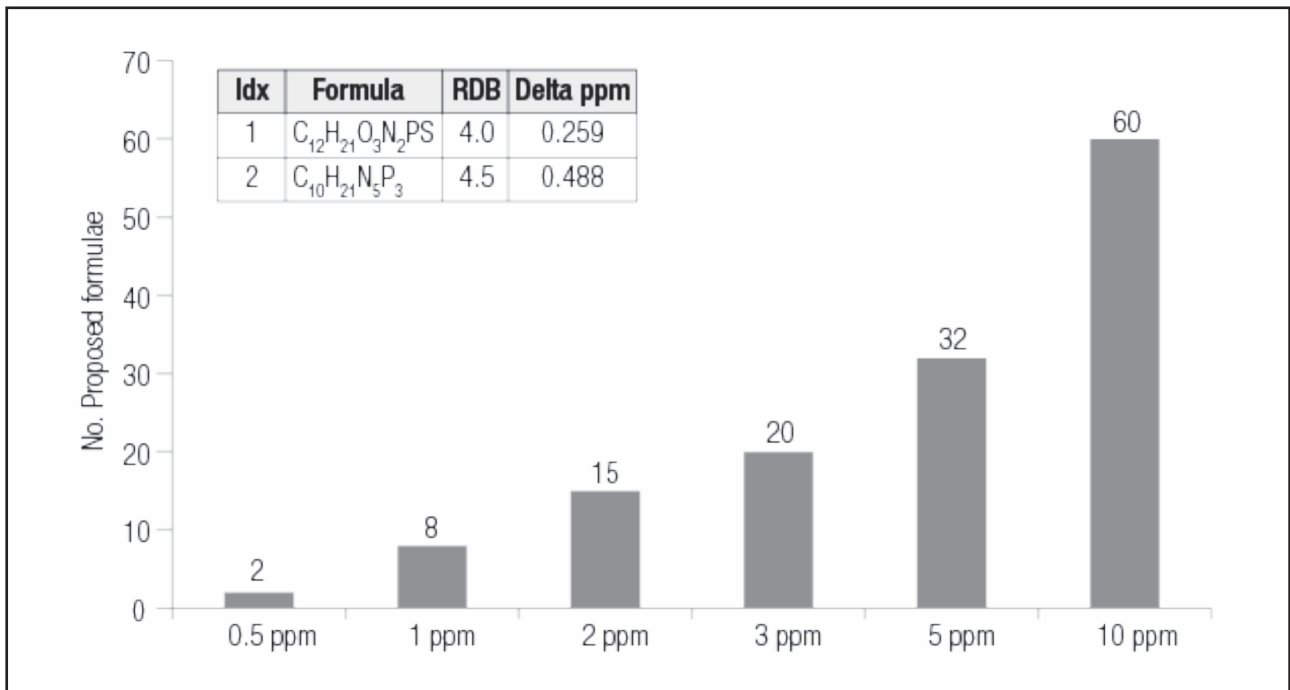


Figura 3. Número de composiciones elementales sugeridas para la m/z 304.10058 con diferentes tolerancias de masa aplicadas. Arriba se muestra los dos hits obtenidos a 0,5 ppm.



Agilent Technologies

NUEVO AGILENT INTUVO 9000: LA CROMATOGRAFÍA DE GASES NUNCA HA SIDO TAN FÁCIL

El pasado 30 de agosto, Agilent Technologies anunció la presentación del nuevo desarrollo en cromatografía de gases llamado Agilent Intuvo 9000, un nuevo hito tecnológico del líder en cromatografía de gases, basado en la experiencia, conocimiento y necesidades de los usuarios. El nuevo Agilent Intuvo 9000 ofrece a los usuarios una novedosa tecnología que ayudará a los laboratorios a conseguir las metas no solo operativas, sino financieras, técnicas y científicas.



Agilent ha diseñado, junto a nuestros clientes y pensando para ellos, una revolucionaria tecnología dentro de lo llamado como “Fácil de usar”, usando conexiones rápidas y sin férulas, además de una tecnología de chip para

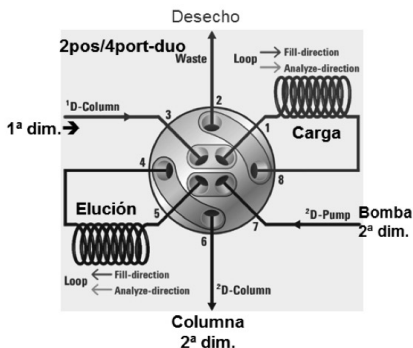
aumentar la vida de las columnas, evitando los problemas inherentes a los cortes de las mismas.

Con la tecnología de chip y las llaves “Smart ID”, diseñada para este equipo, el Intuvo 9000 identifica todos los componentes instalados en el mismo, evitando problemas derivados de la incompatibilidad de configuración con los métodos analíticos, por ejemplo, de las columnas instaladas y las temperaturas aplicadas en el método. Gracias a esta verificación de compatibilidad, operaciones como la instalación y desinstalación de columnas y/o dispositivos de retroflujo para una eliminación de restos de matrices complejas se hacen más sencillas.

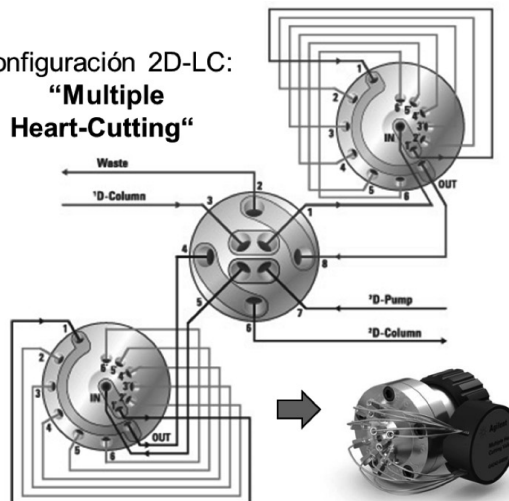
La interfaz de usuario táctil nos da un acceso rápido no solo al estado de todo el sistema en tiempo real, sino también a los cromatogramas durante la adquisición, como también a las operaciones rutinarias de mantenimiento. Por otro lado, es un equipo diseñado para estar acorde con los tiempos que vivimos gracias a la expansión y popularidad de internet, conexión desde nuestro smartphone o tableta que sirve a los directores de laboratorio para saber el estatus del sistema y/o de todo el laboratorio.

Es el perfecto compañero de un espectrómetro de masas, sobre todo en laboratorios de altísimo rendimiento, como los dedicados a análisis agroalimentarios, medioambientales, químicos, farmacéuticos y forenses, por la versatilidad de cambios rápidos de columna sin pérdida de vacío del espectrómetro de masas y sin necesidad de un alto nivel técnico para dicho procedimiento. Para más información sobre Agilent Intuvo 9000 contacte con jose.rivero@agilent.com, tel. 901.11.6890 o visite la web: <http://www.agilent.com/en-us/promotions/intuvo>

Configuración 2D-LC:
LCxLC “Comprehensive”
o “Heart-Cutting”



Configuración 2D-LC:
“Multiple
Heart-Cutting”



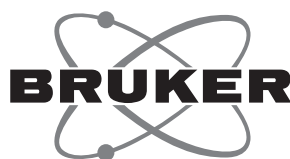
Cromatografía Líquida Multidimensional 2D-LC: “Multiple Heart-Cutting”

Con el objetivo de incrementar aún más la capacidad resolutive de los sistemas de UHPLC y LC/MS (Q, QqQ, QTOF, Ion Mobility-QTOF), Agilent introdujo recientemente en sus sistemas **1290 Infinity II 2D-LC** (“Comprehensive” LCxLC + “Heart Cutting”) la opción de añadirles una innovadora tecnología “**Multiple Heart-Cutting**” para aparcarse **alícuotas 1D durante los ciclos de 2D**. Ésta permite tomar múltiples cortes de picos 1D con alta frecuencia para ser analizados posteriormente en la segunda dimensión, con columnas de mayor longitud y/o gradientes más lentos (más resolutivos) que los habitualmente utilizados en LCxLC, con un software de gestión automatizada. Ello permite resolver cromatográficamente compuestos que coeluyen en muestras complejas con UHPLC monodimensional e incluso en LCxLC bidimensional.

La solución 1290 Infinity II 2D-LC permite trabajar en:

- **Modo LCxLC: analiza todo el efluente de la 1ª dimensión**, mediante **cortes continuos cada 20-40 segundos**, en la 2ª dimensión a **flujos muy elevados (2-3 mL/min) en columnas cortas de UHPLC**. Los cortes se efectúan con la innovadora válvula *2pos/4port-duo* que se observa en el lado izquierdo de la figura; mientras un “loop” se está llenando con el efluente de la 1ª dimensión, el otro se está analizando en la segunda dimensión.
- **Modo “Heart-Cutting”**: **analiza cortes “distantes” del efluente de la 1ª dimensión** en la segunda, pero exige haber terminado el análisis en la 2ª dimensión, para poder capturar otro corte de la primera.
- **Modo “Multiple Heart-Cutting”**: permite **analizar múltiples cortes, incluso consecutivos del mismo pico**, del efluente de la 1ª dimensión en la segunda. Éstos se almacenan temporalmente en los 12 “loops” que se observan en el lado derecho de la figura. Permite, incluso en cortes consecutivos, utilizar cromatografía altamente resolutive en la 2ª dimensión. Es muy útil para resolver solapamientos de múltiples picos, e incluso debajo de mayoritarios, como, por ejemplo, en el análisis de impurezas en fármacos.

Para más información sobre 2D-LC contacte con isidre_masana@agilent.com, tel. 901.11.6890 o visite la web: <http://www.agilent.com/en-us/products/liquid-chromatography/extended-lc-systems-workflow-solutions/2d-lc-solution/1290-infinity-ii-2d-lc-solution>
<http://www.agilent.com/en-us/products/liquid-chromatography/extended-lc-systems-workflow-solutions/2d-lc-solution/1290-infinity-ii-2d-lc-solution>



NUEVA TECNOLOGÍA LC/MS QTOF CON MOVILIDAD IÓNICA INTEGRADA BRUKER TIMSTOF™.

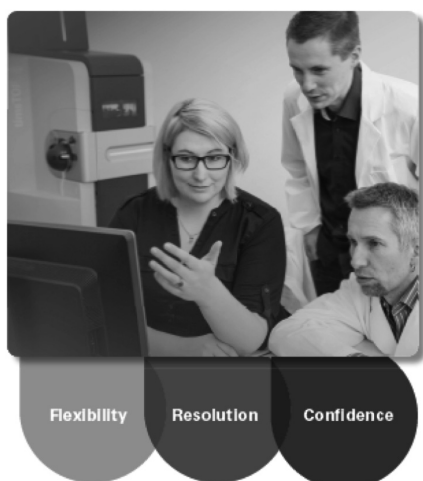


Bruker acaba de presentar en la última ASMS 2016 la plataforma de espectrometría de masas más innovadora que introduce por primera vez la tecnología de trampa de movilidad iónica (Trapped Ion Mobility Spectrometry – **TIMS-**) que, combinada con las excelentes prestaciones de la tecnología QTOF, ofrece una nueva dimensión en masas de alta resolución.

El nuevo sistema **timsTOF™**, orientado hacia la investigación básica y aplicada, está diseñado para satisfacer las necesidades de los laboratorios más exigentes, con un nuevo concepto de software abierto que permite el desarrollo de herramientas personalizadas de tratamiento de datos.

En los últimos años, la movilidad iónica ha evolucionado como una herramienta útil para la resolución de determinados problemas analíticos, fundamentalmente introduciendo una dimensión adicional en la separación que puede utilizarse tanto para una mayor selectividad como para identificar con mayor confianza.

El concepto **tims** permite una integración mucho más versátil, sencilla y efectiva, respecto a las tecnologías actuales. Ofreciendo en primer lugar una resolución



única frente a cualquier otra tecnología actual de movilidad iónica (más de 200 de forma rutinaria), esta resolución es ajustable de forma sencilla para adaptarse a los requerimientos de múltiples aplicaciones. Además, el ciclo de acumulación es tan efectivo que no hay prácticamente pérdida de iones ofreciendo una sensibilidad muy superior a cualquier otra tecnología actual de movilidad iónica. La integración del sistema **tims** es completa en el QTOF con prestaciones de 50.000 de resolución, pudiendo conectarse o no dependiendo del tipo de aplicación requerida, ofreciendo una máxima versatilidad de uso.

El nuevo **timsTOF™** ofrece una propuesta de valor única, con soluciones para casos como:

- Resolución de picos que no pueden distinguirse por métodos convencionales. P. ej. isómeros.
- Tecnología propia imeX™ con la flexibilidad de optimizar la movilidad iónica a cada aplicación.
- Identificación con total confianza, basada en cuatro cualificadores (masa exacta, fidelidad isotópica, fragmentos MS/MS y valores CCS).
- Plataforma de software abierto para el tratamiento de datos.
- Total conexión y desconexión en un QTOF de máximas prestaciones de resolución (>50.000).



La innovación tecnológica del **timsTOF™** ofrece una excelente nueva herramienta para la resolución de problemas complejos en oligosacáridos, lípidos y otros

homólogos difíciles de resolver con las tecnologías actuales. Todo ello sin perder las excelentes prestaciones de robustez, sensibilidad y facilidad de uso que ya ofrecen los sistemas Bruker QTOF actuales.

Si tiene interés en esta nueva tecnología no dude en ponerse en contacto con nosotros para ampliar la información.

timsTOF overview



Video timsTOF



Bruker Española, S.A.
Parque Empresarial Rivas Futura
C/ Marie Curie, 5. Edificio Alfa
28521 Rivas-Vaciamadrid
Madrid - Spain
Tel.: 91 4994634 / 4080
Fax: 91 656 62 37
Info-bcad-spain@bruker.com



Para obtener más información de Bruker, póngase en contacto con Bruker Daltonics en: info-bcad-spain@bruker.com, o en la web www.bruker.com

USO DEL SISTEMA NEXERA UC ONLINE SFE-SFC-MS PARA EL ANÁLISIS DE RESIDUOS DE PESTICIDAS EN PRODUCTOS AGRÍCOLAS

El equipo Nexera UC combina SFE-SFC-MS, extracción de fluido supercrítico (SFE) y cromatografía de fluido supercrítico (SFC), en un sistema en línea. Todo el proceso, desde la extracción de componentes a la adquisición de datos, se puede realizar automáticamente. Además, el sistema puede añadir disolventes polares orgánicos (modificadores) al CO₂ supercrítico durante SFE y SFC, por lo que el sistema se puede utilizar para extraer y analizar compuestos con una amplia gama de polaridades.

Existe una creciente demanda de sistemas capaces de analizar simultáneamente múltiples pesticidas con una amplia gama de propiedades, incluyendo el pretratamiento de la muestra. Este artículo describe un ejemplo del uso del Nexera UC de SFE-SFC-MS en línea para analizar plaguicidas residuales en productos agrícolas.

SFE-SFC-MS Online

El principio de funcionamiento del sistema Nexera UC online SFE-SFC-MS se muestra en la **Fig. 1**. El recipiente de extracción, llenado con la muestra, se coloca en la unidad de SFE y se calienta a una temperatura de 40 °C (Fig. 1A). El dióxido de carbono supercrítico se bombea en el recipiente de extracción. Después de llenar el recipiente, el flujo se detiene para permitir la extracción estática de componentes de destino (Fig. 1B). Después de la extracción estática, se bombea el fluido a través del recipiente de extracción para la extracción dinámica (Fig. 1C). Durante la extracción dinámica, el extracto fluye desde el recipiente de extracción hasta la columna analítica. Sin embargo, debido al alto nivel de contaminantes en los productos agrícolas, pasar todas las sustancias del extracto a través de la columna analítica o espectrómetro de masas podría dañar la primera o contaminar al segundo. Por lo tanto, el sistema Nexera UC online SFE-SFC-MS divide el flujo para enviar sólo una parte de las sustancias extraídas a través de la columna analítica. Después de la extracción dinámica, la fase móvil se envía a la columna analítica, que se utiliza para la separación en gradiente y

el espectrómetro de masas para detectar los compuestos (Fig. 1D).

Preparación de la muestra

El QuEChERS es un método muy extendido que prioriza simplicidad y velocidad y es comúnmente utilizado como pretratamiento de productos agrícolas para el análisis de residuos de plaguicidas. Sin embargo, el método implica muchos pasos, tales como la adición de reactivos, extracción con disolvente, la purificación por extracción en fase sólida y centrifugación. Por contra, el sistema SFE-SFC-MS online sólo requiere la mezcla de 1 g de la muestra triturada con 1 g de agente deshidratante y colocar la mezcla en el recipiente de extracción, como se muestra en la **Fig. 2**. En consecuencia, el sistema mejora la productividad analítica, reduce el impacto ambiental, y también evita errores humanos en el pretratamiento. El uso de un rack con 48 posiciones permite extraer continuamente y analizar hasta 48 muestras sin supervisión.

Figura 1. Principio de funcionamiento del sistema Nexera UC online SFE-SFC-MS.

* "Miyazaki Hydro-Protect" Patent No. 3645552

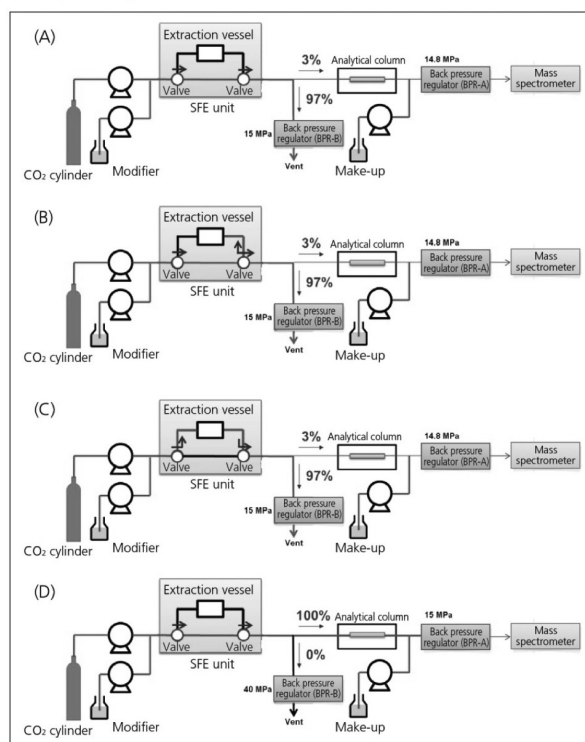
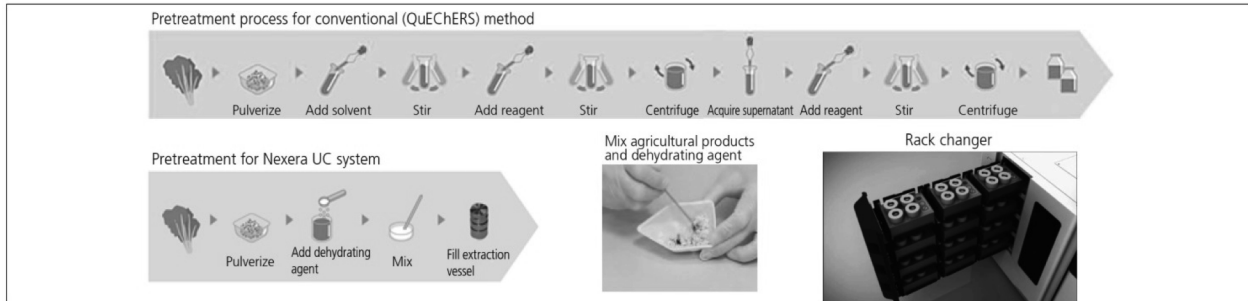


Figura 2. Preparación de la muestra mediante el uso de QuEChERS.



Análisis de mezcla estándar de plaguicidas

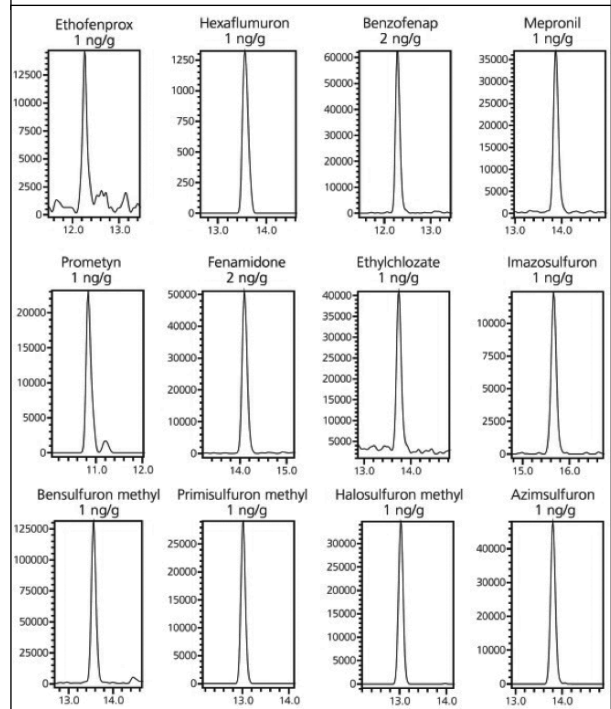
La muestra con mezcla de 510 patrones de plaguicidas se mezcló con un agente deshidratante y se analizó usando las condiciones analíticas que se indican en la Tabla 1. Utilizando el sistema SFE-SFC-MS, hemos sido capaces de lograr todo el proceso, desde la extracción hasta la adquisición de datos, en unos 45 minutos por análisis. Para 327 componentes, se ha obtenido buena repetibilidad para el intervalo de concentraciones de 1 a 100 ng/g (menos de 30% RSD de área del pico en las respectivas concentraciones) y una buena linealidad (al menos, $R^2 = 0.99$). La Tabla 2 muestra un ejemplo de pesticidas con una amplia gama de polaridades con buena repetibilidad y linealidad.

Tabla 2. Repetibilidad, concentraciones y linealidad de algunos plaguicidas.

Compounds	LogPow	Repeatability (%RSD, n=5)	Range (ng/g)	R ²
Ethofenprox	6.9	6.1	1 – 100	0.9991
Hexaflumuron	5.68	6.8	1 – 100	0.9992
Benzofenap	4.69	1.4	2 – 200	0.9990
Mepronil	3.66	4.6	1 – 100	0.9993
Prometryn	3.34	2.7	1 – 100	0.9994
Fenamidone	2.8	3.0	2 – 200	0.9991
Ethylchlozate	2.5	3.0	1 – 100	0.9996
Imazosulfuron	1.6	6.2	1 – 100	0.9998
Bensulfuron methyl	0.79	8.1	1 – 100	0.9996
Primisulfuron methyl	0.2	5.5	1 – 100	0.9994
Halosulfuron methyl	-0.02	5.5	1 – 100	0.9996

Tabla 1. Condiciones analíticas para SFE y SFC.

[SFE]	
Solvent	A) Super critical fluid of CO ₂ B) 0.1% Ammonium formate in methanol
Flowrate	5 mL/min
Extraction	0-3 min. Static mode (B.Conc. 5%) 3-6 min. Dynamic mode (B.Conc. 5%)
Extraction Vessel Temp.	40 °C
BPR Pressure	A) 14.8 MPa; B) 15 MPa (split rate: 3%)
Make-up	0.1 % Ammonium formate in methanol (0.4 mL/min.)
[SFC]	
Column	Shim-pack UC-RP (250 mm L. x 4.6 mm I.D., 5 µm)
Mobile Phase	A) Super critical fluid of CO ₂ B) 0.1 % Ammonium formate in methanol
Time Program	B.Conc. 0 % (0 min.) - 10 % (11 min.) - 30 % (14 min.) - 40 % (14.01 – 17 min)
Flowrate	3 mL/min
Make-up	0.1 % Ammonium formate in methanol (0.1 mL/min.)
Column Temp.	40 °C
BPR Pressure	A) 15 MPa; B) 40 MPa
Detector	LCMS-8050 MRM mode



Análisis de tomate

Se añadió una mezcla de 510 plaguicidas con una concentración de 10 ng/g sobre una muestra de tomate y se obtuvo una buena repetibilidad (menos de 20% RSD de área) y una buena tasa de recuperación (70 a 120%) para 248 pesticidas con distintas polaridades.

Izasascientific.com

Contacto: 902 120 489. izasaCEcrom@izasascientific.com



PHENOMENEX INCORPORA SELECTIVIDADES POLARES DE MÉTODO MIXTO A LA GAMA DE COLUMNAS LUNA DE HPLC/UHPLC

Torrance, Calif. (25 de Octubre de 2016) – Phenomenex Inc., líder global en investigación, diseño y fabricación de tecnología avanzada para las ciencias de separación, introduce nuevas selectividades de método mixto y nuevos tamaños de partícula para UHPLC, HPLC y trabajo preparativo en la familia de columnas Luna. En primer lugar se encuentra la nueva fase estacionaria Luna Omega Polar C18, con una selectividad singular en una innovadora partícula de sílice que proporciona una amplia ventana de elución, combinada con alta retención para analitos polares y no polares.

Esta nueva fase es 100% estable en medio acuoso debido a su superficie polar modificada, proporcionando flexibilidad en la selección de disolventes y del sistema de gradiente necesario para conseguir la deseada separación de analitos polares/no polares. La columna Luna Omega Polar C18 se ofrece con tamaños de partícula de 1,6 μm para UHPLC y de 5 μm para permitir la escalabilidad directa a HPLC de nivel analítico o preparativo. La partícula de 5 μm está disponible en las patentadas columnas preparativas empaquetadas Axia de Phenomenex.



Asimismo, Phenomenex está introduciendo la columna Luna Omega PS C18, también 100% estable en medio acuoso, que proporciona dos mecanismos distintos de separación al mismo tiempo. La superficie de la PS C18 contiene cargas positivas que facilitan una mejor retención de compuestos ácidos a través de la interacción iónica, mientras que el ligando C18 proporciona una retención general

en fase reversa. Este método mixto de selectividad es una herramienta muy valiosa para una mejor separación entre mezclas de componentes que tienen variedad de grupos funcionales como los péptidos, pesticidas o perfil de metabolitos. Adicionalmente, la superficie con carga positiva ayuda a la forma del pico de los componentes básicos a través de la repulsión iónica de estas especies de componentes.

Las columnas Luna Omega son muy adecuadas para un amplio rango de aplicaciones, incluyendo el desarrollo y descubrimiento de drogas, análisis de contaminantes en alimentos, control medioambiental, toxicología e investigación clínica.

“Nuestra marca para HPLC Luna es una de las más reconocidas a nivel global en la industria de la cromatografía, con más de 20 años en el mercado”, comentaba Simon Lomas, director de marketing estratégico de Phenomenex. “La reciente expansión de esta familia de columnas con la novedosa Luna Omega con tecnología con partícula de sílice y con fases estacionarias polares con método mixto, nos ha permitido llevar el legado de Luna al nuevo mundo de la UHPLC.”

Las columnas de Phenomenex Kinetex® con tecnología Core-Shell junto con las columnas Luna Omega, le proporcionan una solución UHPLC complementaria ideal para una mayor eficacia y capacidad de separación. Con una creciente gama de selectividades valiosas, esta pareja de productos UHPLC de core-shell y totalmente porosos ofrece a los clientes una mejor opción para incrementar la productividad, la resolución y la retención. La combinación de la Luna Omega Polar C18 con la anteriormente citada Luna Omega 1,6 μm C18 totalmente porosa y las fases de Kinetex 1,7 μm core-shell amplían aún más las opciones para el desarrollo y las mejoras de métodos UHPLC.

Phenomenex es un líder tecnológico global comprometido con el desarrollo de nuevas soluciones de química analítica que resuelven los problemas de separación y purificación de los investigadores en campos como la industria, la investigación clínica, investigación pública y laboratorios académicos. Desde el descubrimiento de fármacos y desarrollo farmacéutico a la seguridad alimentaria y al análisis del medio ambiente, las soluciones cromatográficas de Phenomenex aceleran la ciencia y ayudan a los investigadores a mejorar la salud global y el bienestar. Para obtener más información sobre Phenomenex visite www.phenomenex.com o siga la empresa en Twitter @Phenomenex.

Puede enviar los comentarios del lector de este informe directamente a: info@phenomenex.com

NUEVO: SISTEMA LC-GC PARA PAH

El análisis de Hidrocarburos Aromáticos Policíclicos (del inglés “Polycyclic Aromatic Hydrocarbons”, PAH) es un gran desafío analítico debido a la variedad de matrices alimentarias y a los límites de detección exigidos por la Autoridad Europea de Seguridad Alimentaria (EFSA). Los métodos de análisis convencionales utilizan sistemas de HPLC con detección de fluorescencia o GC-MS. En ambos casos la preparación de la muestra es a menudo extremadamente cara y compleja.

En la actualidad los laboratorios tienen un interés creciente por reducir los tiempos de procesado de las muestras (tiempo del ciclo) para poder entregar, de esta manera, los resultados rápido. Sin embargo, déficits en la sensibilidad, precisión o veracidad de los resultados no son aceptables.

La tecnología LC-GC de Axel Semrau® está integrada por sí misma desde hace muchos años en los análisis de rutina de los productos alimentarios. Dicha tecnología LC-GC es la base de la solución analítica que aquí presentamos (figura 1). El sistema está compuesto por un HPLC de Knauer o Agilent, un muestreador automático CTC PAL, un GC-MS, la interface CHORNECT LC-GC y la plataforma CHRONOS.

En primer lugar, con el fin de determinar los PAH, se realiza una extracción sencilla y rápida de la muestra. Después de la extracción líquido-líquido y la eliminación de emulsionantes, el extracto se purifica por medio de una separación LC de dos etapas. La matriz se separa de los analitos y sólo los analitos se transfieren en el GC. Se introducen 210 µL de muestra a través de una transferencia *on-column*. La separación de los PAH y posterior detec-



Figura 1. Sistema automatizado para la medida de PAH en productos alimenticios con acoplamiento LC-LC-GC/MS.

ción tiene lugar finalmente por medio de un GC-MS. Todo el análisis se completa después de aproximadamente 40 minutos. En el cromatograma de la figura 2 se puede observar en la fracción de los PAH de varios productos alimenticios la ausencia casi completa de compuestos residuales procedentes de la matriz, hecho constatado mediante la detección TOF-MS.

Debido a la gestión inteligente de la matriz utilizando LC de dos dimensiones, ahora es posible determinar con el mínimo esfuerzo el contenido en PAH indicados por EFSA. Los límites de detección que se alcanzan, dependiendo de los detectores utilizados, son diez veces inferiores a los valores límites europeos.

Sistema-LC-GC para esteroides

La determinación de esteroides se utiliza por ejemplo para controlar la pureza y la calidad del aceite para uso alimentario. De acuerdo con el método ISO 12228, en primer lugar se saponifica la muestra y posteriormente se purifica por extracción en fase sólida. Después de la neutralización y la restricción, los analitos contenidos se purifican adicionalmente por medio de cromatografía preparativa en capa fina. Después es necesaria la extracción manual de la fracción de la DC-placa. La fracción se puede analizar por cromatografía después de la derivatización a través del GC-FID. Con este método, la inversión de tiempo y la tasa de error son muy altas debido a las numerosas etapas manuales de este procedimiento.

Axel Semrau® proporciona una tecnología para realizar este análisis a través de un sistema GC-LC. Para esta aplicación, la saponificación de la muestra, así como otros proce-

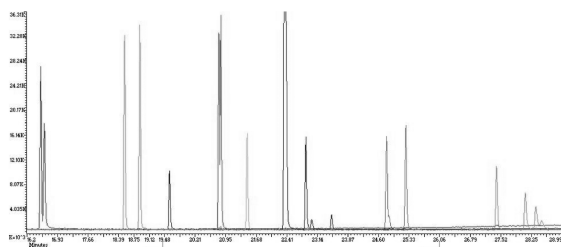


Figura 2 Medida de PAH con GC-MS.

Los, se llevan a cabo de forma totalmente automática. Para ello se utiliza un sistema CTC DualPal, sistema compuesto por dos jeringas: una se utiliza para la medición de los reactivos necesarios para la saponificación y la segunda, más pequeña, se utiliza para realizar la inyección en el HPLC. La posterior purificación se lleva a cabo a través de HPLC, que está directamente conectado con el GC-FID.

Las fracciones HPLC, en la que están contenidos los esteroides, son transferidas de manera directa y específica al sistema de cromatografía de gases. Con este método todos los elementos perturbadores son eliminados. La colocación del sistema LC hace innecesaria la etapa de cromatografía en capa fina. De esta manera los pasos manuales se reducen al pesaje y el posicionamiento de la muestra en el inyector automático. Este alto nivel de automatización se consigue a través del sistema DualPal con dos jeringas diferentes y el uso de un LC para la purificación en el GC. El control de la totalidad del sistema se realiza a través del software fácil manejo CHRONOS, lo que simplifica incluso los métodos complejos dentro de la aplicación. Ventajas del sistema LC-GC acoplado:

- Alta producción de muestras.
- Alto nivel de automatización.
- Bajo riesgo de contaminación.
- Excelente reproducibilidad.
- Alta sensibilidad.
- Inversión segura.

Este sistema también se puede utilizar para otras aplicaciones como la determinación de aceite mineral en aceite vegetal o la determinación del nivel de éster de alquilo. Los componentes del sistema:

- HPLC KNAUER smartline ó HPLC Agilent 1260 con detector de UV y desgasificador.
- CTC DualPAL para la saponificación y purificación automatizada.
- GC DANI Maestro con FID.
- Sistema de intercambio de datos con el software de control y la minería de datos. Accesorios y consumibles.

En la figura 3 se muestra a modo de ejemplo dos cromatogramas. La figura 3a muestra el resultado con este proceso es la separación de esteroides, que con el método manual es imposible. La figura 3b muestra el cromatograma GC de un aceite de girasol.

Información y contacto:

Sugelabor S.A:

Axel Semrau:

<http://www.sugelabor.es/>

<http://www.axel-semrau.com/>

email: info@sugelabor.com

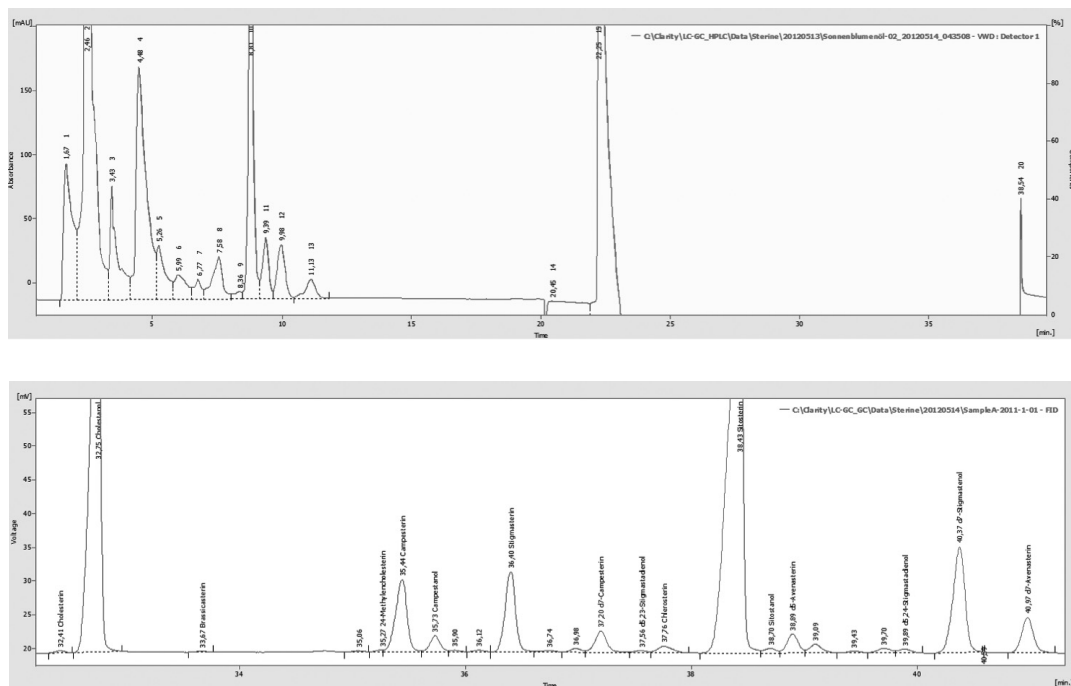
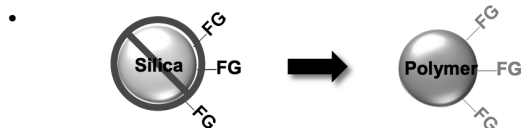
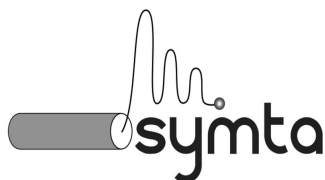


Figura 3 Cromatogramas del acoplamiento LC-GC: (a) señal del detector UV del HPLC ; (b) señal del FID para esteroides.



COLUMNAS DE BASE POLIMÉRICA SHODEX

La selección de una columna de HPLC idónea a la hora de llevar a cabo un determinado análisis es, sin duda, una decisión crucial para conseguir las mejores condiciones de separación en lo que se refiere a resolución, coste, tiempo de análisis, etc...

En esa elección debe tenerse en cuenta el soporte de la fase (son como “los cimientos de un edificio”), que puede ser, entre otros, de base sílice, polimérica, etc... Igualmente, debe tenerse en cuenta también el modo de separación, lo que va ligado a la selección por grupo funcional y/o analito, y sin perder de vista el área de aplicación.

Si bien es cierto que las columnas de base sílice copan la gran mayoría de aplicaciones, éstas presentan dos limitaciones importantes, como son:

- Vulnerabilidad a pH extremos: la mayoría de las columnas pueden trabajar a pH entre 2 y 8, aunque a día de hoy hay columnas que pueden trabajar a pH entre 1,5 y 11.
- Actividad silanólica, es decir, interacción de los analitos con los grupos silanoles libres, propiciando la aparición de colas en los picos. Aunque se publicitan columnas *full endcapped*, esto no llega a ser del todo cierto, porque las reacciones de *endcapping* no tienen rendimientos del 100%.

Esos aspectos no deseados de la sílice pueden ser resueltos únicamente cambiando la base del relleno, es decir, escogiendo un material inerte a diferentes pH y libre de actividad silanólica.

Los materiales alternativos a la sílice más empleados son los polímeros. Existen diversos tipos de polímeros destinados a este fin, entre los que cabe citar principalmente cuatro:

- Copolímeros de estireno divinilbenceno: polímero eminentemente apolar.
- Polihidroximetacrilato: más polar que el anterior.
- Polivinil alcohol y polimetacrilato: permiten ser funcionalizados con grupos C18, C8, Amino, etc...

Salvo excepciones, el empleo de columnas de base polimérica ofrece ciertas ventajas sobre las columnas de base sílice, especialmente para aquellos casos en los que éstas no puedan emplearse por alguna de las limitaciones mencionadas:

- Análisis fuera del rango de pH habitual, incluso de los extremos (2-13).
- Mayor tiempo de vida útil, por la resistencia química inherente del propio polímero frente a la sílice. Esto redundará también en un menor coste por inyección.
- Muy bajo o nulo sangrado, lo que las convierte en idóneas para la detección por MS, LS y CAD.

Shodex, como parte de Showa Denco K.K., fabricante de columnas de HPLC desde hace más de sesenta años y especialista en la materia, comercializa las columnas de base polimérica que, según el modo de separación, podemos seleccionar entre las siguientes:

1. Columnas de Fase Inversa (polymer-based): columnas Asahipak ODP & ODP2 basadas en PVA funcionalizado. Para aplicaciones de moléculas “pequeñas” tipo hormonas, pesticidas, vitaminas, fármacos, etc...
2. Columnas tipo HILIC (polymer-based): las columnas Asahipak NH2P & HILICpak VG-50 (VT-50), para moléculas polares, azúcares, etc...
3. Columnas tipo “Ligand Exchange / Ion Exclusion”, para el análisis de azúcares, desde mono a oligosacáridos, polialcoholes, etc...
4. Columnas para cromatografía iónica: bien sean cationes o aniones, con o sin supresión.
5. Columnas para exclusión molecular (SEC) y GCP: por ejemplo, las columnas PROTEIN KW & OHpak SB-800 (LB-800), para proteínas, enzimas, Mab, DNA, etc., así como análisis de polímeros, plásticos, etc.

Más información en:
www.ace-hplc.com
www.synta.com
info@synta.com

NORMAS GENERALES DE PUBLICACIÓN

1. 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.

- 1) Para publicar artículos en CTA **no** es necesario ser socio de la SECyTA.
- 2) El idioma de la revista y, por tanto de escritura de los artículos, es el castellano.
- 3) 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 o 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, javier.moreno@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 alfabéticamente con el siguiente formato:

Hirota, T., Ohki, K., Kawagishi, R., Kajimoto, Y., Mizuno, S. *Hypertens. Res.* 2007 (30), 489-496.

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.

2. 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.

3. 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**.

4. 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). 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).

5. 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.

6. 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.

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 38 73 63

Fax: +34 964 38 73 68

e-mail: secretaria.secyta@gmail.com

Cuota anual: 30 €

- Señale la casilla correspondiente a la dirección en la que desea recibir la correspondencia.
- Puede efectuar el pago de la cuota del primer año mediante cheque bancario (adjuntándolo a esta solicitud) 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? SÍ NO
(Tache lo que NO proceda)
- ¿Autoriza incluir sus datos de contacto en la sección "Nuevos Socios" del Boletín de la SECyTA? SÍ NO
(Tache lo que NO proceda)

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 FAX 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:



A new chapter

A comprehensive understanding of samples has been out of reach for GC-MS users for too long. The new Thermo Scientific™ Q Exactive™ GC Orbitrap GC-MS/MS system is about to change all of that. An exciting new chapter in GC-MS is here with the superior resolving power, mass accuracy and sensitivity that only Thermo Scientific™ Orbitrap™ technology can deliver.

in GC-MS

• Learn more at thermoscientific.com/QExactiveGC



SUS MÉTODOS EXISTENTES.
SUS FUTUROS OBJETIVOS.
**PARTIENDO DE AQUÍ, LLEGUE
DONDE USTED QUIERA.**



Acquity[®] Arc[™]

Presentamos una nueva y potente vía para construir el puente entre la HPLC y ACQUITY UPLC[®]. Imagine una compatibilidad de métodos “plug-and-play” real y un aumento de productividad que permitan a su laboratorio poder dar respuesta a las necesidades científicas, tecnológicas y económicas actuales y futuras. ¿Dónde le llevaría esta versatilidad LC sin compromisos? Elija su camino en waters.com/arc

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.[®]

INDUSTRIA FARMACÉUTICA ▪ CIENCIAS DE LA VIDA ▪ ALIMENTACIÓN ▪ MEDIO AMBIENTE ▪ ANÁLISIS QUÍMICO

©2015 Waters Corporation. Waters, The Science of What's Possible y ACQUITY UPLC son marcas registradas de Waters Corporation. Arc es una marca comercial de Waters Corporation.