

# CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

**SECYTA**

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE  
CROMATOGRAFÍA  
Y TÉCNICAS AFINES

BOLETÍN DE LA SECYTA  
VOLUMEN 45 NÚM. 2 (2024)  
WWW.SECYTA.ORG

**45**



# EVOQ<sup>®</sup> DART-TQ<sup>+</sup>

One Integrated System - Multiple Workflows



**Just scan the QR code and find all our latest Application Notes on the EVOQ<sup>®</sup> DART-TQ<sup>+</sup> and further publications.**

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

Follow Bruker Applied Mass Spectrometry on LinkedIn for the latest news, events and industry updates:

 [linkedin.com/company/brukerappliedmassspec](https://www.linkedin.com/company/brukerappliedmassspec)

# CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, 2024, Vol. 45, núm. 2  
ISSN 1132-1369

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

## ÍNDICE

### 50 EDITORIAL

#### ARTÍCULO

- 51 Marcadores químicos clave para la diferenciación de pimienta negra de Brasil y Sri Lanka mediante una aproximación metabólica no dirigida (*fingerprinting*)  
*Araceli Rivera-Pérez, Alba María Navarro-Herrera, Roberto Romero-González, Antonia Garrido Frenich*

#### NOTICIAS DE LA SECyTA

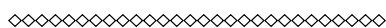
- 60 XXIII Scientific Meeting of SECyTA (52.ª Reunión Científica del GCTA)  
61 XIX Edición Premios JAGD  
64 24.ª Asamblea de la SECyTA

#### INFORMACIONES

- 73 *In memoriam* Prof. Francisco Farré  
75 *In memoriam* Prof. Yolanda Picó  
76 Congresos celebrados  
78 Calendario de actividades  
79 Nuevas Tesis Doctorales

#### DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

- 83 Notas técnicas



**Redacción:** Ana Cristina Soria Monzón ([acsoria@iqog.csic.es](mailto:acsoria@iqog.csic.es))  
Ana Isabel Ruiz Matute ([ana.ruiz@csic.es](mailto:ana.ruiz@csic.es))  
Ángel de la Puerta ([angeldelapuerta@iqog.csic.es](mailto:angeldelapuerta@iqog.csic.es))  
Mario Fernández ([mario@iqog.csic.es](mailto:mario@iqog.csic.es))  
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)  
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91-562 29 00

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

**Depósito legal:** M-1902-1975

**Diseño y preimpresión:** Gráficas Blanco, S. L.

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

**Diseño de la portada:** Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

# EDITORIAL

Queridos socios de la SECyTA,

El pasado mes de octubre celebramos nuestra Reunión Científica anual en la Universidad de Navarra, organizada por las Dras. Elena González Peñas y Elena Lizarraga Pérez, junto con su grupo de investigación. La XXIII Reunión de SECyTA fue muy exitosa, tanto por el atractivo programa como por el número de asistentes. Las conferencias plenarios captaron el interés de todos, y la calidad de las presentaciones, tanto orales como en formato póster, fue muy destacable. Quiero resaltar el esfuerzo del grupo organizador para que el programa social nos permitiera disfrutar de la ciudad de Pamplona y sus tradiciones. La visita y la cena del congreso en la Catedral de Pamplona quedarán en nuestra memoria por mucho tiempo. Agradezco también la participación de las casas comerciales, cuyo apoyo facilita todas nuestras actividades. Querría destacar la concesión, en el marco de la Reunión, de los Premios José Antonio García Domínguez a las mejores comunicaciones, patrocinados por Bruker. Igualmente, también se hizo entrega del Premio de SECyTA a la Mejor Tesis Doctoral 2023.

En el marco de esta reunión, tuvo lugar la XXIV Asamblea General de nuestra Sociedad, donde se llevó a cabo la renovación parcial de la Junta de Gobierno, tal como estipulan los estatutos. Se renovaron los cargos de presidente, un vicepresidente, secretario, tesorero y algunos vocales. Agradezco profundamente a los miembros salientes por su dedicación y esfuerzo durante su mandato. Quiero destacar a Dr. Joan Grimalt, Dra. Begoña Jiménez, Dr. Mario Fernández y Sr. Josep M. Sangenis, quienes dejan la Junta de Gobierno tras largos años de servicio. Su trabajo ha sido fundamental para nuestra Sociedad desde los diferentes cargos ocupados. Al mismo tiempo, doy la bienvenida a los nuevos miembros de la Junta: Dres. Xavier Ortiz y Javier Hernández Borges, y Dras. Patricia Plaza y Ana Isabel Ruiz Matute. Estoy seguro de que, todos juntos, seguiremos avanzando en la promoción de la Cromatografía y otras técnicas separativas afines.

Siguiendo las líneas marcadas por la Junta anterior, esta Junta de Gobierno pretende continuar fomentando la investigación y el uso de la Cromatografía como técnica analítica separativa en el mayor número de ámbitos posibles. También deseamos posibilitar la colaboración e intercambio de conocimiento entre nuestros socios y otros investigadores del mundo de la Química, tanto nacionales como internacionales. En este sentido, ya se han iniciado contactos para organizar una reunión científica conjunta de las diferentes sociedades analíticas el próximo año (2026). Además, trabajaremos para seguir ofreciendo a nuestros socios jóvenes becas que les permitan continuar formándose como especialistas en técnicas de separación y asistir a foros nacionales e internacionales, donde puedan difundir los resultados de sus investigaciones y establecer redes sólidas de conocimiento. Finalmente, abordaremos aspectos de comunicación y difusión de la actividad de SECyTA, como la renovación de nuestra página web.

Para acabar, quiero recordar a todos los socios que este año nuestra Reunión Científica se celebrará en el marco del congreso Euroanalysis 2025, del 31 de agosto al 4 de septiembre en Barcelona. En esta ocasión, Euroanalysis es promovido por la EuChemS (European Chemical Society – Division of Analytical Chemistry) y la SCQ (Societat Catalana de Química), junto con SECyTA. El comité organizador local está formado por científicos de diversas universidades y centros de investigación de Cataluña, entre los que destacan algunos socios de SECyTA: Dra. Rosa M. Marcé (URV), Dra. Silvia Lacorte (IDAEA-CSIC) y Dr. Cristian Gómez-Canela (IQS-URL). Están preparando un congreso de alto nivel científico, con conferenciantes que, con total seguridad, estarán a la altura de las expectativas. Animo a nuestros socios a participar en nuestra Reunión Científica, en el marco de Euroanalysis 2025, y a presentar comunicaciones, difundiendo las investigaciones realizadas en este último período. Entre todos, conseguiremos que esta Reunión sea un éxito. ¡Os esperamos en Barcelona!

Un abrazo,

**JORDI DÍAZ FERRERO**  
*Presidente de SECyTA*

## ARTÍCULO

## Marcadores químicos clave para la diferenciación de pimienta negra de Brasil y Sri Lanka mediante una aproximación metabolómica no dirigida (*fingerprinting*)

Araceli Rivera-Pérez<sup>1</sup>, Alba María Navarro-Herrera<sup>1</sup>, Roberto Romero-González<sup>1</sup>, Antonia Garrido Frenich<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Grupo de Investigación "Química Analítica de Contaminantes (FQM 170)", Departamento de Química y Física, Centro de Investigación en Agrosistemas Intensivos Mediterráneos y Biotecnología Agroalimentaria (CIAIMBITAL), Campus de Excelencia Internacional Agroalimentario (ceiA3), Universidad de Almería, E04120, Almería (España)

### RESUMEN

En este estudio se ha utilizado una aproximación metabolómica no dirigida (análisis de huella dactilar o *fingerprinting*) basada en cromatografía de gases-espectrometría de masas de alta resolución (GC-Orbitrap-HRMS) para evaluar diferencias químicas entre pimienta negra de Brasil y Sri Lanka. A través de análisis quimiométricos como el análisis discriminante de regresión por mínimos cuadrados parciales ortogonales (OPLS-DA), se logró una clasificación geográfica satisfactoria con una tasa de acierto del 100%. Los resultados revelaron que las condiciones climáticas influyen significativamente en la composición metabolómica de la especia, identificando marcadores clave como pelitorina y elemol en Brasil, o piperamidas tales como 1-dodecanoilpiperidina y 1-(piperidin-1-il)tetradecan-1-ona en Sri Lanka. Este enfoque representa una herramienta robusta para la trazabilidad y autenticación de especias, reforzando la utilidad de técnicas analíticas avanzadas en la diferenciación geográfica de productos agroalimentarios.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las especias, consideradas como las partes aromáticas de las plantas utilizadas con el fin de mejorar el sabor, se han utilizado tradicionalmente como condimentos para mejorar las características organolépticas de los alimentos (Qiu y col., 2022). Entre ellas, la pimienta negra (*Piper nigrum* L.), conocida como la "reina de las especias", destaca por su sabor característico y su pungencia (Gu y col., 2018). Esta especia es ampliamente producida en regiones tropicales como Brasil, Vietnam y Sri Lanka (Dosoky y col., 2019) y, además de su uso culinario, se le atribuyen propiedades medicinales, lo que refuerza su importancia global (Li y col., 2020). La pimienta negra se obtiene al recolectar las bayas de *Piper nigrum* L. antes de que se comple-

te su maduración y posteriormente se someten a procesos de deshidratación, generalmente mediante secado al sol, lo que les confiere su característico color negro-marrón (Farkas y Mohácsi-Farkas, 2014). Sin embargo, factores como las condiciones climáticas, el momento de la cosecha, los métodos de procesado postcosecha (secado, molienda o esterilización), así como el origen geográfico pueden influir significativamente en la composición metabolómica de esta especia (Heckert Bastos y col., 2020; Molnár y col., 2018). Estos mismos factores también hacen que la pimienta negra sea susceptible al fraude alimentario al ser especialmente comercializada en forma molida (Ravindran y Kallapurackal, 2012; Galvin-King y col., 2018). A modo de ejemplo, se han reportado adulteraciones en pimienta con diversos adulterantes como las semillas de papaya (Wilde y col., 2019).

En este contexto, las aproximaciones metabolómicas han surgido como herramientas clave para la autenticación y el control de calidad de productos derivados de plantas. En particular, el análisis de huella dactilar (*fingerprinting*) destaca por su capacidad para proporcionar perfiles metabolómicos característicos, útiles para detectar adulteraciones, rastrear el origen geográfico y evaluar los efectos de los tratamientos postcosecha, entre otras aplicaciones (Morozzi y col., 2019; Matsushita y col., 2018). Las técnicas espectroscópicas, como la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) y la espectroscopía de infrarrojo cercano (NIR), así como la espectroscopía de resonancia magnética nuclear de protón (<sup>1</sup>H NMR), se han aplicado para la detección de adulteraciones en pimienta negra, aunque presentan limitaciones en términos de sensibilidad (Lima y col., 2020). Por otro lado, las técnicas cromatográficas, como la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS), se han consolidado como herramientas robustas para el análisis de compuestos volátiles y la autenticación geográfica de

otras especias como tomillo (Rivera-Pérez y col., 2022). El uso de técnicas avanzadas, como la GC o la cromatografía de líquidos (LC) acoplada a MS de alta resolución (HRMS), ha permitido identificar compuestos marcadores con mayor grado de confianza debido a su alta resolución y exactitud en la identificación de masas (Picó 2015), si bien, GC-HRMS apenas ha sido aplicada en el campo de la metabolómica en condimentos. Estas técnicas, combinadas con herramientas quimiométricas como el análisis de componentes principales (PCA) y el análisis discriminante por mínimos cuadrados parciales ortogonales (OPLS-DA), han demostrado ser eficaces en la discriminación de muestras de condimentos según su origen geográfico (Mais y col., 2018; Senizza y col., 2019). Recientemente, se ha aplicado un enfoque metabolómico basado en la fusión de datos NIR y DART-MS (análisis directo en tiempo real) para la detección de adulterantes (p. ej., semillas de papaya) en muestras de pimienta negra (Alewijn y col., 2023).

Atendiendo al estado del arte sobre los estudios de autenticidad de pimienta negra detallados anteriormente, se pone de manifiesto la escasez de trabajos centrados en el estudio del perfil volátil de la especie mediante el análisis basado en GC-HRMS. Por tanto, en este estudio, se explora la viabilidad del análisis de huella dactilar mediante GC-Orbitrap-HRMS combinado con análisis multivariante para diferenciar muestras de pimienta negra procedentes de Brasil y Sri Lanka. Este enfoque no dirigido representa un avance significativo para la autenticación de especias, contribuyendo a la trazabilidad y al control de calidad de estas apreciadas matrices a través de la identificación de compuestos clave para su diferenciación (marcadores).

## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1. Diseño del estudio: muestras analizadas

En este estudio, se analizaron un total de ocho muestras de pimienta negra (*Piper nigrum* L.) de dos orígenes geográficos distintos (Brasil  $n = 5$  y Sri Lanka  $n = 3$ ) proporcionadas por Sabater Spices (Murcia, España). Se analizaron tres réplicas biológicas independientes de cada una de las muestras de Brasil y cinco réplicas para cada muestra de Sri Lanka a fin de obtener dos grupos de muestras de igual tamaño. En total, se obtuvieron 30 perfiles metabolómicos (15 de Brasil y 15 de Sri Lanka) que se investigaron para garantizar

su origen geográfico y evaluar el impacto de factores relacionados con la región de origen en la composición química de la especie.

### 2.2. Obtención de las huellas dactilares mediante GC-Orbitrap-HRMS

Los extractos de pimienta negra se obtuvieron aplicando un método de extracción asistido por ultrasonidos caracterizado por su sencillez y alto rendimiento. Se pesaron  $60,00 \pm 0,01$  mg de muestra en tubos Falcon de 15 mL y se añadieron 30  $\mu$ L de una disolución de estándar interno de 2-heptadecanona (100 mg/L en acetato de etilo (AcOEt):*n*-hexano 1:1, v/v) a fin de verificar la eficacia del proceso de extracción. A continuación, se agregaron 3 mL de una disolución de AcOEt:*n*-hexano (1:1, v/v) y se sometió a agitación con ultrasonidos durante 30 minutos a temperatura ambiente. Los extractos obtenidos se centrifugaron, se filtraron y finalmente se transfirieron 980  $\mu$ L de cada uno a viales para su posterior análisis mediante GC-Orbitrap-HRMS. En este punto, se añadieron 20  $\mu$ L de un segundo estándar interno (cafeína, 50 mg/L en AcOEt:*n*-hexano, 1:1, v/v) para verificar el correcto funcionamiento del proceso de inyección de las muestras en el sistema GC-HRMS.

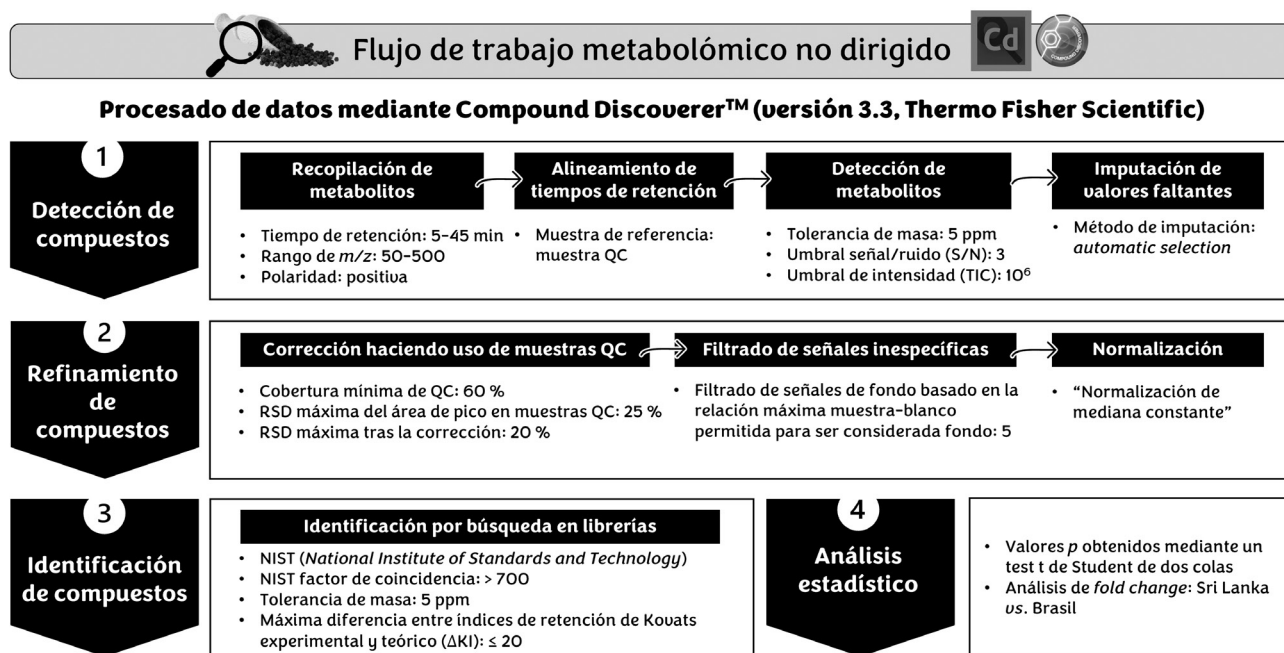
A continuación, se inyectó 1  $\mu$ L de cada extracto en el sistema GC-Orbitrap-HRMS. Los metabolitos presentes en pimienta negra se separaron en una columna capilar DB-5MS (30 m  $\times$  0,25 mm de diámetro interno, 0,25  $\mu$ m de espesor de fase) de Agilent Technologies (Estados Unidos). La temperatura del horno del cromatógrafo se programó de la siguiente manera: inicio a 60 °C (manteniéndose por 2 minutos) seguido de un aumento de 60 °C a 150 °C (a 20 °C/min) y finalmente hasta 310 °C (a 5 °C/min, manteniéndose por 6,5 minutos). El tiempo total de análisis por muestra fue de 45 minutos. Se utilizó helio (99,999 %) como gas portador, a un flujo constante de 1 mL/min y la temperatura del inyector se estableció en 250 °C. Los espectros de masa exacta (rango de relación masa-carga:  $m/z$  50-500) se adquirieron por ionización electrónica a 70 eV empleando el modo de adquisición barrido completo de iones (*full scan*) con una resolución de 60000 (FWHM, *Full Width at Half Maximum*,  $m/z$  200). Todas las muestras se analizaron de manera aleatoria para evitar sesgos analíticos. Además, se inyectaron blancos de AcOEt:*n*-hexano (1:1, v/v) y muestras de control de calidad (QC) al inicio, cada cinco muestras analizadas y al final de la secuencia de análisis, con el objetivo de limpiar

el instrumento y supervisar el rendimiento en la adquisición de datos. Las muestras QC se prepararon mezclando volúmenes iguales (alícuotas de 50  $\mu\text{L}$ ) del sobrenadante de todos los extractos de pimienta negra.

### 2.3. Procesado de los datos ómicos: flujo de trabajo metabolómico no dirigido

Previo al análisis multivariante de las huellas dactilares obtenidas mediante GC-HRMS, los datos ómicos se procesaron empleando el software Compound Discoverer™ versión 3.3 (Thermo Fisher Scientific). El primer paso consistió en la detección de picos cromatográficos y sus espectros de masas asociados. Luego, se realizó el alineamiento de los tiempos de retención entre las muestras, seguido de un proceso de imputa-

ción de valores faltantes. A continuación, se realizó un filtrado para eliminar señales inespecíficas empleando los blancos analizados, así como las muestras QC. Posteriormente, las señales se normalizaron empleando la "normalización de mediana constante". La identificación química de los compuestos se realizó usando la base de datos del Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST) empleando una exactitud de masa de 5 ppm, entre otros criterios que se detallarán más adelante. Finalmente, las huellas dactilares se analizaron estadísticamente para identificar los metabolitos que contribuyeron de forma más significativa a la diferenciación entre los distintos orígenes considerando los valores  $p$  y de magnitud de cambio (*Fold Change*, FC). El flujo de trabajo no dirigido aplicado para el procesado de los datos ómicos se muestra en la **Figura 1**.



**Figura 1.** Flujo de trabajo de metabolómica no dirigida diseñado para el procesado de datos ómicos de pimienta negra adquiridos mediante GC-Orbitrap-HRMS.

### 2.4. Análisis estadístico multivariante

El análisis multivariante de las huellas dactilares se realizó empleando el software estadístico SIMCA® versión 17 (Sartorius, Umeå, Suecia). Para ello, los datos normalizados se exportaron en formato .csv desde Compound Discoverer™ y se escalaron con Pareto usando SIMCA®. Se realizaron análisis multivariantes no supervisados (PCA) y supervisados (OPLS-DA). Para

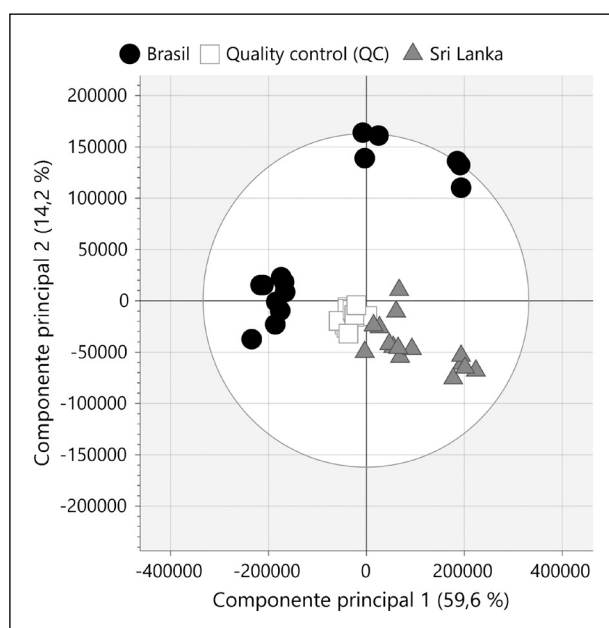
PCA se consideró todo el conjunto de datos. En los análisis supervisados, los datos se dividieron en un 80 % del total de muestras usadas como un subconjunto de entrenamiento y un 20 % (subconjunto de predicción) empleado para la validación externa del modelo supervisado. El rendimiento del modelo OPLS-DA se evaluó con los parámetros  $R^2Y$  (grado de ajuste del modelo al conjunto de datos) y  $Q^2$  (indicativo de la capacidad predictiva del modelo, estableciéndose

un valor  $Q^2 > 0,5$  como un valor aceptable de capacidad predictiva, Eriksson y col., 2003), además de verificar la validación cruzada (*Cross Validation*, CV) interna del modelo (CV-ANOVA  $p$ -value  $< 0,05$ ). Asimismo, se realizaron pruebas de permutación (200 permutaciones) para descartar el sobreajuste (*overfitting*) del modelo y se consideró la tasa de clasificación correcta (% TCC) para el conjunto de predicción.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Análisis exploratorio

Se realizó un PCA para evaluar la agrupación y la variabilidad entre las muestras de pimienta negra en función del origen geográfico, la calidad de los datos quimiométricos y para detectar posibles *outliers*. El modelo se construyó considerando 42 observaciones, que representan el 100 % de las muestras de estudio, incluyendo 12 muestras QC, 15 muestras de Brasil y 15 muestras de Sri Lanka. La **Figura 2** muestra el gráfico de dispersión de los *scores* obtenido para el análisis PCA de las huellas dactilares de pimienta negra (cada punto corresponde a una muestra). Se seleccionaron los dos primeros componentes que, en este caso, explicaron una variabilidad del 73,8 %.



**Figura 2.** Análisis exploratorio obtenido mediante PCA que muestra el patrón de agrupamiento de las huellas dactilares de pimienta negra procedentes de Brasil y Sri Lanka.

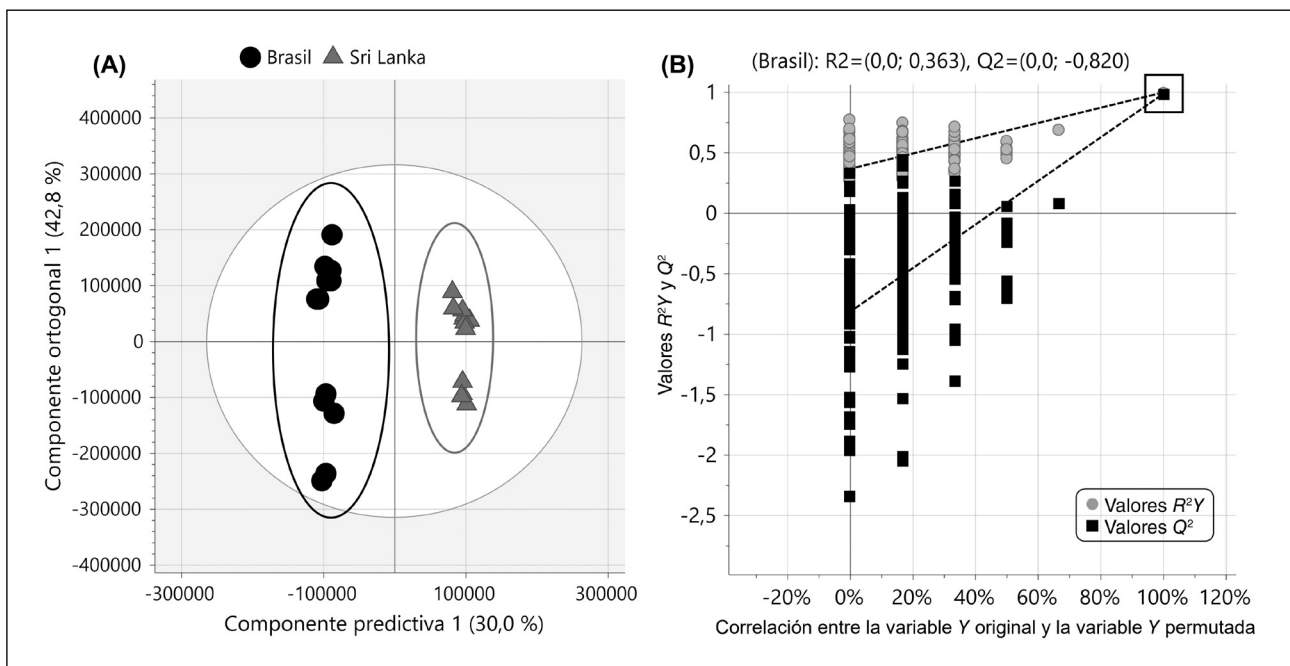
El modelo PCA está formado por 6 componentes principales que explicaron el 95,1 % de la varianza total, con un coeficiente de validación cruzada  $Q^2$  de 0,859, indicando la alta capacidad predictiva del modelo y su buena capacidad para predecir nuevas observaciones o muestras ( $Q^2 > 0,5$ ). Las dos primeras componentes explicaron el 59,6 % y el 14,2 % de la varianza, respectivamente, diferenciando claramente las muestras de pimienta negra en base a los orígenes geográficos estudiados haciendo uso del perfil químico volátil analizado mediante GC-HRMS (**Figura 2**). Al analizar el gráfico PCA, se observaron dos subgrupos para las muestras procedentes de Brasil. Estas diferencias en las huellas dactilares dentro del grupo brasileño podrían atribuirse a la diversidad climática de este extenso país, la cual podría influir en la composición química y, por tanto, en las huellas dactilares de las muestras. Por último, el análisis PCA también confirmó la alta calidad de los datos ómicos adquiridos, ya que las muestras de control de calidad (QC) estaban estrechamente agrupadas y localizadas en el centro del gráfico resultante (**Figura 2**).

#### 3.2. Análisis discriminante supervisado

Para el análisis discriminante, se construyó un modelo OPLS-DA a fin de clasificar las muestras de pimienta en base a su origen geográfico (Sri Lanka o Brasil). Del total de 30 huellas dactilares, el 80 % de las mismas se utilizaron para la construcción del modelo, mientras que el 20 % restante no se incluyó en la construcción de los modelos y se empleó como el subconjunto de muestras de predicción para la validación externa del mismo. Con ello, se evaluó la tasa de clasificación correcta (en porcentaje, %) proporcionada por el modelo como una medida de la capacidad de predicción para futuras muestras de pimienta. En la **Figura 3A** se muestra el gráfico de dispersión de los *scores* obtenido para el análisis discriminante OPLS-DA para la discriminación de muestras en base al origen geográfico.

El análisis OPLS-DA mostró una clara diferenciación de las muestras en función del país de origen. Estos resultados muestran la influencia de las condiciones climáticas encontradas en cada región en la huella dactilar de la especia. Además, los valores obtenidos para el ajuste y capacidad de predicción del modelo fueron  $R^2Y = 0,995$  y  $Q^2 = 0,983$ , respectivamente, indicando una excelente separación entre los dos grupos de muestras como consecuencia de las diferencias significativas existentes entre los perfiles





**Figura 3.** (A) Análisis discriminante OPLS-DA que muestra la diferenciación de muestras en base a su origen geográfico (Brasil o Sri Lanka). (B) Ejemplo del gráfico resultante tras una prueba de permutación ( $n = 200$  permutaciones, software SIMCA®) para la clase Brasil.

metabolómicos en función del origen geográfico. Adicionalmente, el modelo se validó externamente considerando la tasa de clasificación correcta del 20 % de muestras del subconjunto de predicción. Estas muestras no incluidas en el subconjunto de entrenamiento permiten verificar si el modelo puede clasificar correctamente nuevas observaciones que no se han empleado previamente. El análisis *fingerprinting* mediante GC-HRMS permitió la clasificación de las muestras de predicción con un porcentaje de acierto del 100 %. Además, se descartó el sobreajuste del modelo mediante dos pruebas de permutación (200 permutaciones) realizadas sobre el modelo OPLS-DA para cada grupo o clase (Sri Lanka y Brasil). Para ello, se compararon los valores de  $R^2Y$  y  $Q^2$  obtenidos para los modelos permutados (de los cuales no se espera una buena capacidad de predicción) y los valores de  $R^2Y$  y  $Q^2$  obtenidos mediante CV interna para el modelo que se está evaluando. Tal como se muestra a modo de ejemplo en la **Figura 3B**, los valores ubicados a la izquierda del gráfico son inferiores a los valores de  $R^2Y$  y  $Q^2$  del modelo de interés (señalados con un cuadrado en la parte superior derecha). Además, una ordenada en el origen de la línea de regresión de los valores  $R^2Y$  y  $Q^2$  inferior a 0,4-0,5 y 0,05, respectivamente, es indicativo de la ausencia de *overfitting*, confirmando el buen desempeño del modelo en términos de capacidad de

predicción para nuevas muestras (Klassen y col., 2017; Zhang y col., 2021). Así, se realizaron pruebas de permutación para cada clase y se excluyó el sobreajuste del modelo, obteniendo valores adecuados de ordenadas en el origen de las rectas de regresión de  $R^2Y$  y  $Q^2$  ( $R^2Y$ ,  $Q^2$  para la clase Brasil: 0,363, -0,820;  $R^2Y$ ,  $Q^2$  para clase Sri Lanka: 0,360, -0,867).

### 3.3. Identificación de marcadores

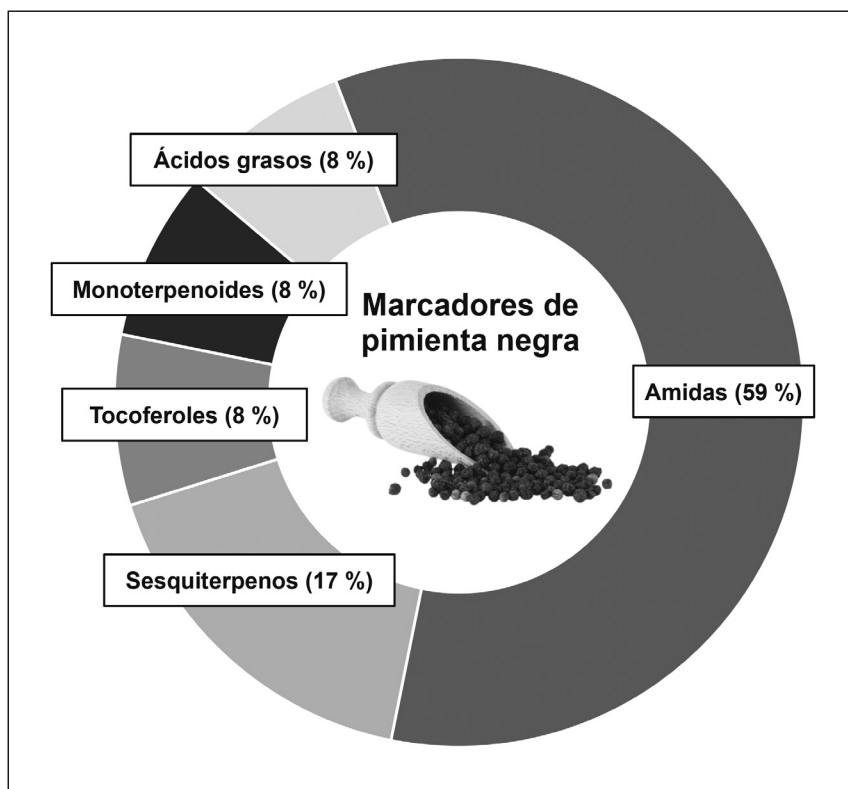
Una vez realizada la validación del modelo OPLS-DA, el siguiente paso consiste en la identificación de compuestos marcadores. El objetivo de esta etapa es reconocer aquellas variables del modelo supervisado que presentan una mayor capacidad discriminante entre las categorías/clases consideradas. Por tanto, dichas variables permiten la clasificación y discriminación eficaz entre los grupos de muestras, pudiendo ser relacionadas con las características de las mismas.

Para ello, se utilizó la herramienta de la importancia de la variable en la proyección (*Variable Importance in Projection*, VIP) del software SIMCA®. El gráfico VIP proporciona una lista en la cual las variables X del modelo (correspondientes a metabolitos) se ordenan en función del valor VIP (VIP score) que representa la con-

tribución individual de cada variable y su importancia en el modelo multivariante (Wheelock y col., 2013). Aquellas variables con un valor VIP > 1 se consideran variables discriminantes, aumentando su capacidad de discriminación conforme lo hace dicho valor, y suelen ser las seleccionadas como marcadores potenciales del estudio. Además, se aplicaron otros criterios para seleccionar e identificar los marcadores: metabolitos cuyas diferencias de concentración fueron significativas entre los grupos de muestras considerados (valores  $p$  ajustados según Benjamini-Hochberg < 0,05) y una magnitud de cambio (FC) superior a 1,1 entre ambos grupos (sentido de la comparación: Sri Lanka vs. Brasil). Asimismo, para cada marcador, se verificaron al menos dos iones (ion precursor y uno o dos iones fragmento MS/MS) con un error de masa < 5 ppm. Así, la identificación tentativa de los metabolitos discriminantes se realizó mediante la comparación de los espectros de masas obtenidos experimentalmente y los recogidos en bases de datos tales como la biblioteca espectral NIST, especialmente indicada para la identificación de metabolitos analizados mediante GC-HRMS.

Como resultado, se identificaron tentativamente 12 metabolitos de pimienta negra mediante GC-

Orbitrap-HRMS como compuestos discriminantes, cumpliendo con los criterios de valores  $p < 0,05$ , VIP scores > 1,0 y FC > 1,1. Los metabolitos propuestos como marcadores del origen geográfico (Brasil o Sri Lanka) de pimienta negra junto con sus tiempos de retención, clase química, iones característicos, valores de  $\text{Log}_2(\text{FC})$  e índices de retención de Kovats (KI) se muestran en la **Tabla 1**. Atendiendo a *Metabolomics Standards Initiative* (MSI) (Salek y col., 2013; Schymanski y col., 2014), se consiguió un nivel de confianza 2 de identificación (es decir, compuestos tentativamente anotados o estructuras probables) para todos los compuestos marcadores, comparando los datos MS adquiridos experimentalmente y los recogidos en la librería NIST. En todos los casos se detectaron los iones característicos de cada marcador con un error de masa inferior a 5 ppm, lo cual demuestra la exactitud del proceso de identificación aplicado en este estudio. El uso del modelo OPLS-DA junto con la herramienta VIP mostró la presencia mayoritaria de amidas (59 %) y sesquiterpenos (17 %) entre los marcadores identificados. Además, también se identificaron ácidos grasos (8 %), monoterpenoides (8 %) y tocoferoles (8 %) como metabolitos discriminantes (**Figura 4**).



**Figura 4.** Ilustración gráfica de las clases químicas de marcadores identificados tentativamente en pimienta negra.

**Tabla 1.** Lista de compuestos clave (marcadores) para la diferenciación de pimienta negra de Brasil y Sri Lanka identificados mediante análisis OPLS-DA y VIP (VIP scores > 1,0, valores  $p < 0,05$ ,  $FC > 1,1$  y  $\Delta KI \leq 20$ ).

N.º	$t_R^a$ (min)	Marcador	Clase	Iones característicos (m/z y fórmula molecular) <sup>b</sup>	$\text{Log}_2(\text{FC})^c$	$\Delta KI^d$
1	24,954	2,4-(E,E)-Dodecadienoilpiperidida	Amida	263,22491 (C <sub>17</sub> H <sub>29</sub> NO) 234,18578 (C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> NO) 192,13883 (C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> NO)	1,82	4
2	22,134	1-Dodecanoilpiperidina	Amida	267,25621 (C <sub>17</sub> H <sub>33</sub> NO) 238,21709 (C <sub>15</sub> H <sub>28</sub> NO) 196,17013 (C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> NO)	2,37	4
3	28,381	(2E,4E)-1-(Piperidin-1-il)tetradeca-2,4-dien-1-ona	Amida	291,25621 (C <sub>19</sub> H <sub>33</sub> NO) 262,21708 (C <sub>17</sub> H <sub>28</sub> NO) 220,17013 (C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> NO)	1,87	9
4	25,664	1-(Piperidin-1-il)tetradecan-1-ona	Amida	252,23273 (C <sub>16</sub> H <sub>30</sub> NO) 210,18578 (C <sub>13</sub> H <sub>24</sub> NO) 196,17013 (C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> NO)	2,26	7
5	17,576	Pelitorina	Amida	223,19361 (C <sub>14</sub> H <sub>25</sub> NO) 208,17013 (C <sub>13</sub> H <sub>22</sub> NO) 180,13883 (C <sub>11</sub> H <sub>18</sub> NO)	-0,56	1
6	31,452	Amida N-isobutil-11-(3,4-metilendioxfenil)-2E,4E,10E-undecatrienoica	Amida	355,21474 (C <sub>22</sub> H <sub>29</sub> NO <sub>3</sub> ) 255,13850 (C <sub>17</sub> H <sub>19</sub> O <sub>2</sub> ) 215,10720 (C <sub>14</sub> H <sub>15</sub> O <sub>2</sub> )	-1,42	4
7	35,413	Tricoleína	Amida	329,19909 (C <sub>20</sub> H <sub>27</sub> NO <sub>3</sub> ) 258,12559 (C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub> ) 194,15448 (C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> NO)	-0,52	16
8	13,256	$\alpha$ -Bisabolol	Sesquiterpeno	204,18780 (C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> ) 189,16432 (C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> ) 161,13302 (C <sub>12</sub> H <sub>17</sub> )	-1,66	10
9	11,096	Elemol	Sesquiterpeno	204,18780 (C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> ) 163,14867 (C <sub>12</sub> H <sub>19</sub> ) 135,11737 (C <sub>10</sub> H <sub>15</sub> )	-1,16	9
10	34,883	$\beta$ -Tocoferol	Tocoferol	416,36543 (C <sub>28</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub> ) 344,27153 (C <sub>23</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> ) 191,10720 (C <sub>12</sub> H <sub>15</sub> O <sub>2</sub> )	-1,72	16
11	7,849	Timol	Monoterpenoide	150,10446 (C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O) 135,08099 (C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> O)	-0,47	1
12	21,505	Ácido octadecanoico	Ácido graso	284,27153 (C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> ) 255,23240 (C <sub>16</sub> H <sub>31</sub> O <sub>2</sub> ) 241,21675 (C <sub>15</sub> H <sub>29</sub> O <sub>2</sub> )	-0,27	12

<sup>a</sup> Abreviaturas: FC (magnitud de cambio); OPLS-DA (análisis discriminante de regresión por mínimos cuadrados parciales ortogonales);  $t_R$  (tiempo de retención); VIP (importancia de la variable en la proyección).

<sup>b</sup> Iones característicos teóricos (fuente: librería NIST) encontrados en las muestras de pimienta negra con un error de masa < 5 ppm.

<sup>c</sup> Resultados del análisis de magnitud de cambio expresado como valores de  $\text{Log}_2(\text{FC})$  para la comparación Sri Lanka vs. Brasil.

<sup>d</sup> Diferencia entre el índice de retención de Kovats (KI) experimental y teórico (NIST) para el marcador. En todos los casos se verifica que  $\Delta KI \leq 20$  para una identificación de confianza.

Atendiendo a los marcadores elucidados mediante el análisis por GC-HRMS, los niveles relativos de ciertos metabolitos, como 1-dodecanoilpiperidina, fueron significativamente elevados en las muestras de Sri Lanka mientras que las concentraciones de otros como pelitorina o elemol lo fueron en las muestras

brasileñas. Según la información presentada en la **Tabla 1**, los valores negativos de  $\text{Log}_2(\text{FC})$  para la comparación entre muestras de Sri Lanka y Brasil, revelan metabolitos acumulados en las muestras brasileñas. Por el contrario, valores positivos de  $\text{Log}_2(\text{FC})$  son indicativos de marcadores de Sri Lanka.

En concreto, respecto a los marcadores identificados como amidas (59 % del total), según los datos presentados en la **Tabla 1**, se observó una tendencia de acumulación (*up-accumulation trend*) de ciertos metabolitos tales como 2,4-(*E,E*)-dodecadienoilpiperidina, 1-dodecanoilpiperidina, (2*E,4E*)-1-(piperidin-1-il)tetradeca-2,4-dien-1-ona y 1-(piperidin-1-il)tetradecan-1-ona que serían potenciales marcadores de pimienta negra procedente de Sri Lanka ( $\text{Log}_2(\text{FC}) = 1,82-2,37$ ).

Sin embargo, se observó una disminución para los tres marcadores restantes clasificados como amidas en las muestras de Sri Lanka, asociados con valores negativos de  $\text{Log}_2(\text{FC})$  que oscilan entre  $-0,52$  y  $-1,42$ , y que podrían ser claves en el perfil químico característico de las muestras brasileñas, incluyendo ejemplos como pelitorina, o tricoleína (**Tabla 1**). La pelitorina se ha reportado como una piperamida característica de las plantas del género *Piper*, incluyendo pimienta blanca, roja y verde (*Piper nigrum* L.) y otras variedades como *Piper longum* o *Piper cubeba* (Luca y col., 2021). De igual forma, la tricoleína se ha encontrado en *Piper nigrum* L. haciendo uso del análisis de  $^1\text{H NMR}$  (400 MHz) (Gómez-Calvario y Rios, 2019).

En cuanto a los marcadores clasificados como sesquiterpenos,  $\alpha$ -bisabolol ( $t_R = 13,256$  min,  $\text{C}_{15}\text{H}_{24}$ ,  $\text{Log}_2(\text{FC}) = -1,66$ ) y elemol ( $t_R = 11,096$  min,  $\text{C}_{15}\text{H}_{24}$ ,  $\text{Log}_2(\text{FC}) = -1,16$ ) se encontraron en las muestras brasileñas en concentraciones significativamente superiores (**Tabla 1**). Los resultados de esta investigación están de acuerdo con estudios previos que describen la presencia de  $\alpha$ -bisabolol en las bayas de pimienta negra (Dosoky y col., 2019). De hecho, dicho sesquiterpeno se ha reportado como uno de los principales componentes volátiles de cultivos de pimienta negra de Pará (Brasil) (Barata y col., 2021). Elemol, sesquiterpeno encontrado en este estudio como potencial marcador del origen brasileño, también figura como un metabolito volátil principal de pimienta negra, atendiendo a estudios previos (Barata y col., 2021).

De forma similar, el resto de los marcadores elucidados mediante GC-HRMS se encontraron significativamente acumulados en las muestras procedentes de Brasil:  $\beta$ -tocoferol ( $t_R = 34,883$  min,  $\text{C}_{28}\text{H}_{48}\text{O}_2$ ,  $\text{Log}_2(\text{FC}) = -1,72$ ), timol ( $t_R = 7,849$  min,  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$ ,  $\text{Log}_2(\text{FC}) = -0,47$ ) y ácido octadecanoico ( $t_R = 21,505$  min,  $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$ ,  $\text{Log}_2(\text{FC}) = -0,27$ ) (**Tabla 1**). Estudios previos confirman la presencia de tocoferol en *Piper nigrum* L (Gul y col., 2018). De igual forma, el timol se ha reportado en aceites esenciales obtenidos de

pimienta negra y blanca (Wang y col., 2018), así como en los propios frutos de pimienta negra (Feng y col., 2020). El marcador identificado tentativamente como ácido octadecanoico, también conocido como ácido esteárico, se ha reportado por primera vez en pimienta negra, ya que, atendiendo a estudios previos, se ha detectado mediante GC-MS en otras matrices relacionadas como nuez moscada (*Myristica fragans*) (Anaduaka y col., 2020).

## 4. CONCLUSIONES

El análisis metabolómico no dirigido mediante GC-Orbitrap-HRMS aplicado a pimienta negra de Brasil y Sri Lanka ha permitido identificar diferencias significativas en la composición química de ambas regiones, logrando una clasificación geográfica satisfactoria. El modelo OPLS-DA mostró excelentes parámetros de ajuste ( $R^2Y = 0,995$ ) y capacidad predictiva ( $Q^2 = 0,983$ ), validándose mediante pruebas de permutación y clasificando con un 100 % de tasa de acierto las muestras del subconjunto de predicción. Estas diferencias se asociaron a variaciones en metabolitos clave, entre los cuales destacan amidas, sesquiterpenos y otros compuestos volátiles. La influencia de factores climáticos resultó evidente, mostrando la capacidad del método para detectar marcadores específicos como pelitorina y elemol en Brasil, mientras que en Sri Lanka destacaron otros marcadores clasificados como amidas tales como 1-dodecanoilpiperidina. Este enfoque no solo valida la utilidad de las técnicas avanzadas de espectrometría de masas para estudios de autenticidad, sino que también refuerza su potencial para la trazabilidad y control de calidad de especias. En conjunto, los resultados demuestran que la metabolómica no dirigida ofrece una herramienta robusta para la diferenciación geográfica y caracterización de la composición química de productos agroalimentarios, promoviendo aplicaciones futuras en la autenticación de otros condimentos y matrices de interés.

## AGRADECIMIENTOS

Araceli Rivera-Pérez agradece al Ministerio de Ciencia e Innovación del Gobierno de España (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y al "Fondo Social Europeo (FSE) invierte en tu futuro" por la financiación económica recibida a través de la concesión de un contrato predoctoral para la Formación de Profesorado Universitario (Ref. FPU18/05133) que ha permitido la realización de este estudio.

## 5. BIBLIOGRAFÍA

- Alewijn, M., Akridopoulou, V., Venderink, T., Müller-Maatsch, J., Silletti, E. *Food Control*, 45 (2023), 109502.
- Anaduaka, E. G., Uchendu, N. O., Ezeanyika, L. U. S. *Sci. African*, 10 (2020), e00567.
- Barata, L. M., Andrade, E. H., Ramos, A. R., de Lemos, O. F., Setzer, W. N., Byler, K. G., Maia, J. G. S., da Silva, J. K. R. *Int. J. Mol. Sci.*, 22 (2021), 890.
- Dosoky, N. S., Satyal, P., Barata, L. M., da Silva, J. K. R., Setzer, W. N. *Mol.*, 24 (2019), 4244.
- Eriksson, L., Jaworska, J., Worth, A. P., Cronin, M. T. D., McDowell, R. M., Gramatica, P. *Environ. Health Perspect.* 111 (2003), 1361-1375.
- Farkas, J., Mohácsi-Farkas, C. "Safety of food and beverages: Spices and seasonings" en *Encyclopedia of Food Safety* (Ed. Y. Motarjemi). Academic Press, Massachusetts, Estados Unidos (2014), págs. 324-330.
- Feng, Y., Dunshea, F. R., Suleria, H. A. R. *J. Food Sci. Technol.*, 57 (2020), 4671-4687.
- Galvin-King, P., Haughey, S. A., Elliott, C. T. *Food Control*, 88 (2018), 85-97.
- Gómez-Calvario, V., Rios, M. Y. *Magn. Reson. Chem.*, 57 (2019), 994-1070.
- Gu, F., Wu, G., Fang, Y., Zhu, H. *Mol.*, 23 (2018), 1985.
- Gul, I., Nasrullah, N., Nissar, U., Saifi, M., Abdin, M.Z. *Food Anal. Methods*, 11 (2018), 1209-1222.
- Heckert Bastos, L. P., Vicente, J., Correa dos Santos, C. H., Geraldo de Carvalho, M., García-Rojas, E. *Food Hydrocoll*, 102 (2020), 105605.
- Klassen, A., Faccio, A. T., Canuto, G. A. B., da Cruz, P. L. R., Ribeiro, H. C., Tavares, M. F. M., Sussulini, A. "Metabolomics: Definitions and significance in systems biology" en *Metabolomics: From fundamentals to clinical applications* (Ed. A. Sussulini). Springer, Berlín, Alemania (2017), págs. 3-17.
- Li, Y., Zhang, C., Pan, S., Chen, L., Liu, M., Yang, K., Zeng, X., Tian, J. *LWT - Food Sci. Technol.*, 117 (2020), 108644.
- Lima, A. B. S., Batista, A. S., de Jesús, J. C., Silva, J. de J., de Araújo, A. C. M., Santos, L. S. *Food Control*, 107 (2020), 106802.
- Luca, S. V., Minceva, M., Gertsch, J., Skalicka-Woźniak, K. *Food Res. Int.*, 141 (2021), 110123.
- Mais, E., Alolga, R. N., Wang, S. L., Linus, L. O., Yin, X., Qi, L. W. *Food Chem.*, 240 (2018), 239-244.
- Matsushita, T., Zhao, J. J., Igura, N., Shimoda, M. *J. Sci. Food Agric.*, 98 (2018), 2989-3000.
- Molnár, H., Kónya, É., Zalán, Z., Bata-Vidács, I., Tomoskozi-Farkas, R., Székács, A., Adányi, N. *Food Control*, 83 (2018), 54-60.
- Morozi, P., Zappi, A., Gottardi, F., Locatelli, M., Melucci, D. *Mol.*, 24 (2019), 2602.
- Picó, Y. "Mass spectrometry in food quality and safety: An overview of the current status" en *Comprehensive Analytical Chemistry* (Ed. D. Barceló). Elsevier, Ámsterdam, Países Bajos (2015), págs. 3-76.
- Qiu, L., Zhang, M., Mujumdar, A.S., Liu, Y. *Food Rev. Int.*, 38 (2022), 1791-1811.
- Ravindran, P. N., Kallapurackal, J. A. "Black pepper" en *Handbook of Herbs and Spices* (Ed. K. V. Peter). Woodhead Publishing, Sawston, Reino Unido (2012), págs. 86-115.
- Rivera-Pérez, A., Romero-González, R., Garrido Frenich, A. *Food Chem.* 393 (2022), 133377.
- Salek, R. M., Steinbeck, C., Viant, M.R., Goodacre, R., Dunn, W.B. *GigaScience*, 2 (2013), 13.
- Schymanski, E.L., Jeon, J., Gulde, R., Fenner, K., Ruff, M., Singer, H. P., Hollender, J. *Environ. Sci. and Technol.*, 48 (2014), 2097-2098.
- Senizza, B., Rocchetti, G., Ghisoni, S., Busconi, M., De Los Mozos Pascual, M., Fernández, J. A., Lucini, L., Trevisan, M. *Food Res. Int.*, 126 (2019), 108584.
- Wang, Y., Li, R., Jiang, Z.-T., Tan, J., Tang, S.-H., Li, T.-T., Liang, L.-L., He, H.-J., Liu, Y.-M., Li, J.-T., et al. *Ind. Crops Prod.*, 114 (2018), 164-172.
- Wheelock, Å.M., Wheelock, C.E. *Mol. Biosyst.*, 9 (2013), 2589-2596.
- Wilde, A.S., Haughey, S.A., Galvin-King, P., Elliott, C.T. *Food Control*, 100 (2019), 1-7.
- Zhang, J., Hu, Q., Yu, Q., Chen, Y., Zhao, Y., Qie, M. "Metabolomics analysis in food authentication" en *Comprehensive Foodomics* (Ed. A. Cifuentes). Elsevier, Ámsterdam, Países Bajos (2021), págs. 174-183.

# NOTICIAS DE LA SECyTA

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

Durante los días 23-25 de octubre 2024 tuvo lugar la XXIII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) en la Facultad de Farmacia y Nutrición de la Universidad de Navarra de Pamplona. La organización de esta edición fue encabezada por las Dras. Elena González Peñas y Elena Lizarraga Pérez, ambas profesoras de la dicha Universidad.

A lo largo de la reunión se abordaron los siguientes temas: 1) nuevos desarrollos en instrumentación analítica y sistemas de detección; 2) fundamentos de separaciones cromatográficas y electroforéticas; 3) métodos de preparación de muestra; 4) análisis ambiental e industrial; 5) análisis biológico, toxicológico y forense; 6) análisis de alimentos; 7) quimiometría, procesamiento de datos y técnicas ómicas.

Contó con un destacado grupo de conferenciantes invitados, como el profesor **José Bernal del Nozal** (*Universidad de Valladolid*), quien abrió la reunión, habló de la determinación de contaminantes en productos apícolas mediante diferentes técnicas cromatográficas. En este primer día, la profesora **Jennifer Kirwan** (*Charité University Hospital*) destacó la importancia de la cromatografía en el estudio del metaboloma y el sistema inmune. En el segundo día, **Frederic Béen** (*Vrije Universiteit and KWR Water Research Institute*) se centró en nuevos desarrollos para el seguimiento de contaminantes y sus metabolitos en medio acuático mediante el uso de la espectrometría de masas de alta resolución y el manejo de bases de datos (data science). Igualmente, **Gabriel Vivó-Truyols** (*Tecnometrix*) se adentró en el uso de la estadística bayesiana para el análisis de grandes datos cromatográficos con la perspectiva de entrar en formas alternativas a la automatización. Finalmente, el tercer y último día, la profesora **Cecilia Cagliero** (*Univerità degli Studi di Torino*) enfocó su exposición en la búsqueda de métodos de extracción cada vez más "verdes" para la caracterización de productos naturales de manera sostenible.

Además de las conferencias invitadas, se presentaron 23 comunicaciones orales, 10 orales de jóvenes investigadores que optaban al premio *José Antonio García Domínguez* y 56 pósteres, de los cuales 10 se seleccionaron para presentarlos en formato flash. Además, en el segundo día de la reunión, se celebró

una mesa redonda que despertó gran interés sobre **Inteligencia artificial y la cromatografía**, en la que participaron expertos en ambos temas, pertenecientes a la Universidad de Navarra (Ángel Irigoyen e Iván Cerdón) o a distintas empresas relacionadas con ambos campos, como Tairel Data (Ángel Ursúa), Agilent Technologies (Jaume Morales) y Waters (Marta Burrull).

De especial importancia fue la exposición comercial de las empresas más destacadas en instrumentación analítica en la que se produjo una interacción estrecha y fluida con los participantes en el congreso y que también participaron con distintas presentaciones orales sobre instrumentación y su participación en la mesa redonda del segundo día de la reunión.

A diferencia de lo que suele ser habitual, en la tarde del primer día de la reunión se celebró la Asamblea General de la SECyTA. Durante este evento se llevó a cabo la votación de los socios para la renovación parcial de la junta. El acto se desarrolló con la exposición de los diferentes informes de la presidenta, el secretario y el tesorero. En su informe, la presidenta anunció que la reunión de SECyTA de 2025 se llevará a cabo dentro de la reunión internacional de EuroAnalysis2025 que tendrá lugar en el Centro de Convenciones Internacional de Barcelona (CCIB) entre el 31 de agosto y el 4 de septiembre y que tiene entre sus organizadores a socias de SECyTA como Rosa M.ª Marcè, quien ha formado parte de su junta, así como a Nuria Fontanals, recién elegida secretaria de SECyTA.

La Cena de Gala tuvo lugar el segundo día y supuso una auténtica sorpresa para todos los asistentes, ya que se celebró en un escenario muy poco habitual como fue la propia catedral de Pamplona, concretamente en su refectorio. La recepción que tuvimos, el ambiente y la cena fueron acogidos con gran admiración y placer por los presentes.

Como es lo habitual, durante la ceremonia de Clausura tuvo lugar la ceremonia de entrega de los premios "José Antonio García Domínguez" en su XIX edición a las dos mejores comunicaciones orales y en formato de póster de jóvenes investigadores, premios patrocinados por la empresa Bruker. A continuación, se hizo entrega de la 3.ª edición del Premio a la Mejor

Tesis Doctoral SECyTA para aquellas tesis presentadas a lo largo del año 2023 y cuyos ganadores se conocieron el 10 de octubre a través de correo desde la secretaría, así como de la web y las redes sociales.

Desde el comité editorial queremos poner de manifiesto la calidad de los trabajos presentados en esta reunión, así como agradecer y resaltar el esfuerzo y la calidad del equipo que la ha organizado.

EL COMITÉ EDITORIAL DE CTA

## XIX EDICIÓN DE LOS PREMIOS JOSÉ ANTONIO GARCÍA DOMÍNGUEZ

Durante la ceremonia de clausura de la XXIII Reunión Científica de la SECyTA (52.<sup>a</sup> Reunión Científica del GCTA) celebrada en Pamplona del 23 al 25 de octubre de 2024 se concedieron los Premios José Antonio García Domínguez en su XIX edición. Como en anteriores ediciones, estos premios están patrocinados por Bruker y se otorgan a las dos comunicaciones orales y los dos mejores pósteres presentados por investigadores jóvenes miembros de la Sociedad. Después de la deliberación por parte del jurado de las respectivas modalidades, se fallaron los premios que se detallan a continuación.

### 1.º premio a la mejor comunicación oral (800 €)

UNTARGETED LIPIDOMICS BY UHPLC-IMS-QTOF MS FOR DIET INTAKE BIOMARKERS DISCOVERY IN *Sparus aurata* FISH

Miriam González-Hernández<sup>(1)\*</sup>, Tania Portolés<sup>(1)</sup>, María Ibañez<sup>(1)</sup>, Jaume Pérez-Sánchez<sup>(2)</sup>, Josep Calduch Giner<sup>(2)</sup>, Juan V. Sancho<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Research Institute for Pesticides and Water (IUPA), Universitat Jaume I. 12071, Castellón, Spain.

<sup>(2)</sup> Institute of Aquaculture of Torre la Sal (IATS), CSIC. 12595, Ribera de Cabanes, Castellón, Spain.

Lipids play crucial roles in biology as essential components of cell membranes, signaling molecules and energy-storage substrates. The biological functions of lipids are determined by their structural diversity. Dietary changes can alter the lipidomic profile, resulting in either harmful or beneficial health effects (1). To understand the relationship between diet and health, biomarkers that accurately reflect the consumption of health-relevant foods are needed. Untargeted metabolomics can provide a more comprehensive image of dietary intake by measuring the lipidomic profile in biological samples. For biomarker detection is re-

quired a high selectivity and sensitivity, hence high resolution-mass spectrometry techniques (HRMS) are the most suitable option (2). The aim of this work was to study the lipidomic profiling of *Sparus aurata*, one of the most consumed fish in the Mediterranean Sea, based on different diets, including fish, plants, by-products or alternative ingredients. The sample extracts were analyzed by liquid chromatography (LC) coupled to ion mobility separation high-resolution mass spectrometry (IMS-HRMS), in both ionisation modes (ESI<sup>+</sup>/ESI<sup>-</sup>). After data processing and multivariate statistical analysis, a total of 35 markers, including phosphatidylcholines (PCs), phosphatidylethanolamines (PEs), and triacylglycerides (TAGs), among others, were annotated as distinctive features. The benefits of IMS in the identification of dietary biomarkers have been demonstrated by the use of collision cross section (CCS) values as an additional structural parameter. Preliminary results have shown a higher presence of triacylglycerides and diacylglycerides in the diet based on alternative ingredients. Health effects based on the presence or absence of these biomarkers are currently being studied.

### Acknowledgements

Miriam González-Hernández acknowledges the Generalitat Valenciana for funding her research through the ACIF pre-doctoral program (CIACIF/2022/224). The authors gratefully acknowledge the financial support of the Generalitat Valenciana (THINKINAZUL/2021/031) and the Ministry of Science, Innovation and Universities of Spain (PID2021-127346NB-I00).

### References

- [1] T. Harayama, H. Riezman, *Nat. Rev. Mol. Cell Biol.*, 19, (2018), 281-296.
- [2] K. Dettmer, P. A. Aronov, B. D. Hammock, *Mass Spectrom. Rev.*, 26 (2007), 51-78.

## 2.º premio a la mejor comunicación oral (600 €)

CHEMICAL CHARACTERIZATION OF THE VALORIZED WINERY BY-PRODUCT *Vitis vinifera* L. cv. Tannat POMACE BY COMPREHENSIVE TWO-DIMENSIONAL LIQUID CHROMATOGRAPHY (LC × LC)

Mikaela Rajchman<sup>(1,2)\*</sup>, Lidia Montero<sup>(1)</sup>, Adrián Aicardo<sup>(2)</sup>, Rafael Radi<sup>(2)</sup>, Miguel Herrero<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Institute of Food Science Research - CIAL (CSIC-UAM). N. Cabrera, 9. 28049, Madrid, Spain.

<sup>(2)</sup> Department of Biochemistry, Faculty of Medicine, Universidad de la República, Av. Gral. Flores, 2125. 11800 Montevideo, Uruguay.

Numerous natural products have demonstrated therapeutic properties against various diseases due to the presence of various natural bioactive compounds like phenolic compounds. In this regard, the pomace of *Vitis vinifera* L. cv Tannat, the primary by-product of wine production, is particularly noteworthy. This is due to the Tannat variety is highly rich in phenolic compounds with potential bioactivity, mainly anthocyanidins (AN) and condensed tannins (CT), and the fact that a significant fraction of them remains in the pomace after vinification. However, analyzing some of these bioactive compounds by HPLC, and, in particular tannins, is especially challenging because of their immense chemical complexity, diversity and polymerization degree that results in coelution of different analytes in large unresolved peaks [1]. Therefore, the analysis of such compounds generally requires different preparation methods and/or the application of techniques that provide better separation capabilities, such as comprehensive two-dimensional liquid chromatography (LC × LC) [1].

This work aimed to develop an LC × LC-MS/MS method to analyze CT and AN in samples obtained from the valorization of grape (*Vitis vinifera* L. cv. Tannat) pomace by-product by green processes using pressurized liquid extraction. For the LC × LC method, C18, HILIC and PFP columns were assessed for the first dimension separation (1D), while for the second dimension (2D), different C18 columns were evaluated. The rest of the separation parameters (mobile phases for both dimensions, acids, sample solvent, gradients, modulation times and strategies for reducing the 1D solvent strength [2]) were also deeply evaluated to maximize the resolution and separation capacity of the 2D method. Moreover, different methods of sample preparation were studied, including solid

phase extraction, liquid-liquid extraction, and ultra-centrifuge filtration.

The optimized method resulted in a huge peak capacity and therefore it provided a maximized separation and identification power for a wide range of CT and AN from complex Tannat extracts, which is essential as a starting point for subsequent studies on biotransformation during digestion and potential beneficial health effects.

## Acknowledgments

The authors thank the funding granted by MCIN/AEI/10.13039.501100011033 (Spain) for the development of the project PID2020-113050RB-I00 and the National Agency for Research and Innovation (Uruguay) (POS\_EXT\_2023\_1\_17530). L.M. thanks the Ramon y Cajal contract (RYC2021-033148-I) funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033 and "EU NextGenerationEU".

## References

- [1] L. Montero, S. Sáez, D. von Baer, et al., *J. Chromatogr A*, 1536 (2018), 205-15.
- [2] L. Mondello, P. Dugo, P. Donato A., et al., *Nat. Rev. Methods Primers*, 3 (2023), 1-17.

## 1.º premio al mejor póster (400 €)

L-ARGININE BASED CHIRAL IONIC LIQUIDS FOR THE ENANTIOMERIC ANALYSIS OF AMINO ACIDS BY ELECTROKINETIC CHROMATOGRAPHY AND LIGAND EXCHANGE CAPILLARY ELECTROPHORESIS. A COMPARATIVE STUDY.

Sandra Adámez-Rodríguez<sup>(1)\*</sup>, María Luisa Marina<sup>(1,2)</sup>, María Castro-Puyana<sup>(1,2)</sup>

<sup>(1)</sup> Universidad de Alcalá. Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química. Ctra. Madrid-Barcelona, Km 33,600. 28871 Alcalá de Henares (Madrid), Spain.

<sup>(2)</sup> Universidad de Alcalá. Instituto de Investigación Química Andrés M. del Río. Ctra. Madrid-Barcelona, Km 33,600. 28871 Alcalá de Henares (Madrid), Spain.

Amino acid-based ionic liquids (AAILs) have demonstrated in the last years a high potential to achieve the enantiomeric separation of different chiral compounds [1]. They can be divided into i) AAILs in which protein amino acids are the anionic counterpart and ii) AAILs



in which amino acids are the cationic counterpart. In the field of chiral separations, the use of these AAILs has been described in electrokinetic chromatography (EKC) systems combined with cyclodextrins or in the mode of ligand exchange capillary electrophoresis (LECE). These chiral systems have mainly been employed for the enantioseparation of model drugs and to a lesser extent for amino acids analysis. However, since protein amino acids are the elemental piece for peptide and protein conformation and play an important role in the metabolic pathways, their enantiomeric determination is a challenge in the field of chiral separations.

In this context, this work aimed to perform a comparative study of the potential of different L-arginine-based ionic liquids, some of them synthesized for the first time in this work, for the chiral separation of five model amino acids (tryptophan, phenylalanine, valine, norvaline, and alloisoleucine) under two different CE modes: EKC and LECE. In the first case, AAILs containing bis(trifluoromethane)sulfonimide (NTf<sub>2</sub>) as anionic counterpart were combined with different cyclodextrins, whereas in the LECE systems AAILs constituted by tetraalkylammonium (TMA) as cationic counterpart participated in the ligand exchange mechanism, forming ternary complexes with the chiral analyte and metallic cations. Under the most favorable conditions, the results demonstrated that the LECE mode based on the use of L-Arg-TMA with Cu (II) enabled the chiral separation of three out of the five amino acids studied (norvaline, citrulline, and phenylalanine). Finally, to demonstrate the potential of the developed LECE methodology, its analytical characteristics were evaluated, and it was applied to the enantiomeric determination of norvaline in dietary supplements.

### Acknowledgements

Authors thank the funding granted by MCIN/AEI/10.13039.501100011033 (Spain) for the development of the project PID2019-104913GB-I00. Authors also thank the Center for Applied Chemistry and Biotechnology (CQAB) of the University of Alcalá for the synthesis of the ionic liquids. S.A-R. thanks the University of Alcalá for her pre-doctoral FPU contract.

### References

- [1] H. Liu, J. Chen, M. Chen, J. Wang, H. Qiu, *Anal. Chim. Acta*, 1274 (2023), 341496.

### 2.º premio al mejor póster (300 €)

EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF BIOACTIVE CARBOHYDRATES AND PHENOLICS FROM PHYTOPLANKTON HOLOBIONTS

Marta Díez<sup>(1,2)</sup>, Juan Pablo de la Roche<sup>(2)</sup>, Pilar Águila<sup>(2)</sup>, Ana Cristina Soria<sup>(1)</sup>, Ana Isabel Ruiz Matute<sup>(1)</sup>, María Luz Sanz<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Instituto de Química Orgánica General (IQOG-CSIC), Spain.

<sup>(2)</sup> Microalgae Solutions, S.L., Spain.

In recent years, interest in microalgal research and investment have increased as they represent a novel source of high value bioactive compounds (carbohydrates, phenolics, lipids, etc.) with antioxidant, anti-ageing, or antibacterial properties, and with applications in different industries (e.g. cosmetics) [1]. Moreover, the use of microalgal consortia (also known as phytoplankton holobionts), constituted by different species of microalgae or by microalgae and bacteria, are gaining more importance, as they can produce different bioactive molecules due to cooperative interactions between the co-cultured microorganisms [2]. However, these consortia are still scarcely applied in the cosmetic and nutraceutical fields, being necessary at first instance the characterization of their bioactive composition. Towards a zero-waste approach, in the present work, the simultaneous extraction of phenolic compounds and carbohydrates from two different microalgae consortia was optimized. These consortia were based on *Kamptone-ma* sp., *Nannochloropsis oculata*, *Tetraselmis* sp. and *Chlorella* sp. (holobiont 1) and on *Spirulina* sp. and *Chlorella vulgaris* (holobiont 2). Moreover, a multianalytical approach was followed for the characterization of extracts. First, the efficiency of different solvents for the extraction of target bioactives was evaluated; water was selected as the most effective solvent for both consortia. Then, a Box-Behnken experimental design was performed considering extraction time, temperature and ratio between biomass and solvent as independent factors. Extracts obtained under optimal extraction conditions (30°C, 60 min and 0.01 g of biomass mL<sup>-1</sup> for holobiont 1 and 51°C, 60 min and 0.02 g of biomass mL<sup>-1</sup> for holobiont 2) were treated with citric acid to precipitate proteins. GC-MS analyses of carbohydrates, before and after trifluoroacetic acid hydrolysis, and subsequent derivatization, allowed the identification of their monomeric composition, while size exclusion chromatography (SEC) with light scattering detection

(ELSD) provided information about their molecular weight distribution. Other complementary techniques such as infrared spectroscopy, nuclear magnetic resonance and UV spectroscopy were used to get more information about polysaccharide structures. Reverse phase liquid chromatography coupled to mass spectrometry (RPLC-MS) analyses were also used for the determination of phenolic compounds. These studies constitute an advance in the knowledge of these holobionts which is essential for the development of new applications in the cosmetic and nutraceutical fields, among others.

## Acknowledgements

This work has been funded by the Industrial Doctorate grant IND2023/BIO-27055 awarded to IQOG-CSIC and Microalgae Solutions, S.L. by the Comunidad de Madrid.

## References

- [1] M. Gouda, M. A. Tadda, Y. Zhao, F. Farmanullah, B. Chu, X. Li, et al., *Front. Nutr.*, 9 (2022), 806692.
- [2] A. L. Gonçalves, J. C. M. Pires, M. Simões, *Algal Res.*, 24 (2017), 403-415.

## ACTA DE LA 24.ª ASAMBLEA GENERAL DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRFÍA Y TÉCNICAS AFINES (SECyTA)

La 24.ª Asamblea General de la SECyTA, que contó con la asistencia de 74 socios, se celebró el día 23 de octubre de 2024, a las 18:00 h, en la Universidad de Navarra (C/ Irunlarrea, 1, 31008 Pamplona) con el siguiente orden del día:

1. Lectura y aprobación, si procede, del acta de la reunión anterior.
2. Informe de la presidenta.
3. Informe del secretario.
4. Informe del tesorero.
5. Elecciones a la Junta de Gobierno.
6. Ruegos y preguntas.

### Desarrollo de la sesión y acuerdos adoptados

En primer lugar, la presidenta da la bienvenida a todos los asistentes a la 24.ª Asamblea General de la SECyTA y expresa su más sincero agradecimiento a los miembros de los Comités Científico y sobre todo Organizador de la XXIII Reunión Científica de la SECyTA por el excelente trabajo realizado.

#### 1. Lectura y aprobación del acta de la reunión anterior

La presidenta indica a los asistentes que el borrador del acta de la 23.ª Asamblea General de la SECyTA celebrada el año pasado en Palma de Mallorca se puso a disposición de todos los socios para que pudiera ser consultada en la web de la SECyTA. En este momento la presidenta pregunta si alguno de los asis-

tentes quiere hacer alguna modificación. Al no haber ninguna intervención por parte de los socios presentes, se procede a aprobar el acta de la 23.ª Asamblea General de la SECyTA.

Antes de continuar con el punto 2 del orden del día, la presidenta solicita a los socios asistentes que se adelante el punto 5.º, "Elecciones de la Junta de Gobierno", de forma que se pueda realizar la votación durante el transcurso de la Asamblea.

#### 5. Elecciones a la Junta de Gobierno

La presidenta indica a los asistentes que los miembros de la Junta de Gobierno que cesan en sus cargos de acuerdo con los Estatutos de la Sociedad son los siguientes: presidenta (D.ª Ana María García Campaña), vicepresidente (D. Joan Grimalt Obrador), secretario (D. Juan Vicente Sancho Llopis) y 6 vocales (D.ª Belén Gómara Moreno, D.ª Elena González Peñas, D.ª Begoña Jiménez Luque, D.ª Marta Lores Aguín, D. Mario Fernández Martín y D. José M.ª Sangenis Magraso) y, por renuncia de su cargo, un tesorero (D. Jordi Díaz Ferrero) y una vocal (D.ª Núria Fontanals Torroja).

El calendario aprobado por la Junta de Gobierno de la SECyTA el 8 de septiembre de 2024 y enviado a los socios para proceder a la renovación de los cargos fue el siguiente:

- 10 de septiembre de 2024: Envío de la convocatoria de elecciones por correo electrónico a

los socios de la SECyTA e inicio del periodo de presentación de las candidaturas.

- 10 de octubre de 2024: fecha límite para la presentación de candidaturas.
- 11 de octubre de 2024: comunicación a la presidenta y a los miembros de la Junta de Gobierno de los candidatos presentados.
- 11 de octubre de 2024: comunicación pública a los socios de la SECyTA de los candidatos presentados y de la normativa para emitir el voto por correo. Inicio del período de votación por correo.
- 21 de octubre de 2024: fecha límite de aceptación de votos por correo.
- 23 de octubre de 2024: votación en la 24.ª Asamblea General de la SECyTA (en el marco de la XXIII Reunión Científica de la SECyTA en Pamplona).

Transcurrido los plazos establecidos, los miembros de la SECyTA que presentaron su candidatura a estas elecciones 2024 fueron los siguientes:

*Presidente:*

- Dr. Jordi Díaz Ferrero (IQS, Barcelona).

*Vicepresidente:*

- Dr. Ana María García Campaña (Universidad de Granada, Granada).

*Secretario:*

- Dra. Núria Fontanals Torroja (Universitat Rovira i Virgili, Tarragona).

*Tesorero:*

- Dr. Xavier Ortíz Almirall (IQS, Barcelona).

*Vocales:*

- Dra. Marta Lores Aguíñ (Universidade de Santiago de Compostela).
- Dra. Ana Isabel Ruiz Matute (IQOG-CSIC, Madrid).
- Dr. Javier Hernández Borges (Universidad de La Laguna).
- Dra. Elena González Peñas (Universidad de Navarra, Pamplona).
- Dra. Patricia Plaza Bolaños (Universidad de Almería, Almería).
- Dr. Juan Vicente Sancho Llopis (Universitat Jaume I, Castellón).
- Dra. Belén Gómara Moreno (IQOG-CSIC, Madrid).

Todas las candidaturas presentadas han sido avalladas por la Junta de Gobierno. Respecto a las candidaturas presentadas, la presidenta comenta que el tesorero, Jordi Díaz Ferrero, ha dimitido de su cargo y se ha presentado a presidente. La presidenta agradece personalmente al Dr. Jordi Díaz que presente su candidatura a presidente, a pesar de su nueva función de Decano de su Facultad, al no haber otras candidaturas a presidente. Además, hay un cargo más a elegir de vocal respecto a los que serían por cese estatutario, ya que D.ª Núria Fontanals Torroja presenta su candidatura a secretaria.

A continuación, se procedió a constituir la mesa electoral, de acuerdo con la normativa de elecciones aprobada en Junta de Gobierno de junio de 2022, y que establece que la mesa estará formada por el socio más antiguo y el más reciente que se encuentre presente en la Asamblea. La presidenta cede la palabra al Secretario de la SECyTA para que se pueda constituir la mesa electoral, que correspondió al Dr. José Carlos Díez Masa (n.º de socio 23) y D.ª Antonia Merola (n.º de socio 2096).

Una vez constituida la mesa electoral y entregado el Censo de Socios, el acta de Votación y los votos recibidos por correo se inició la votación. Con el fin de no alargar innecesariamente la Asamblea, se trataron el resto de puntos del orden del día mientras se procedía a la votación de los asistentes.

## 2. Informe de la presidenta

En su informe, la presidenta trató los siguientes temas.

### 2.1. *Celebración de la 23<sup>rd</sup> Scientific Meeting of Spanish Society of Chromatography and Related Techniques – Pamplona 2024*

La presidenta da las gracias a las Dras. Elena González Peñas y Elena Lizárraga Pérez, como presidenta y secretaria científica de la *XXIII Scientific Meeting of Spanish Society of Chromatography and Related Techniques*, a los miembros de su grupo de investigación y a todos los integrantes del Comité Organizador y Científico de esta reunión científica por el excelente trabajo realizado para poder ofrecer un programa científico de calidad a la altura de las expectativas de los socios, todo ello complementado con un programa social con el que ya estamos disfrutando de la ciudad de Pamplona.

En esta edición, se han recibido un total de 94 comunicaciones, distribuidas en 23 orales ordinarias, 10

orales de jóvenes investigadores, que optan al premio José Antonio García Domínguez, y 56 pósteres, de los cuales, 10 han sido seleccionados para su presentación en formato flash, además de 5 conferencias invitadas. El número total de inscritos en esta edición (alrededor de 111 congresistas) es muy similar al alcanzado en la reunión anterior de Mallorca (134 inscritos), pero inferior a reuniones anteriores (Santiago 2019, 197 inscritos; Granada 2018, 190 inscritos; Sevilla 2016, 180 inscritos; reunión conjunta SECyTA-SEEM, celebrada en Castellón en 2015, 185 inscritos). En este sentido, la presidenta indica que seguimos manteniendo un nivel de participación similar al conseguido en ediciones anteriores.

Respecto a las becas de inscripción y ayuda de viaje concedidas para facilitar la asistencia de los jóvenes investigadores a esta edición de la SECyTA2024, se han concedido 19 becas de inscripción (250 €) y 19 ayudas de viaje (175 €), por un importe total de 8.075 €.

La presidenta también agradece el importante apoyo de las casas comerciales para poder realizar esta Reunión Científica: Agilent, Bruker, Leco, Restek y Frontier Lab como *sponsors* Oro, Jasco, Scharlab, Teknokroma y Waters como *sponsors* Plata. Asimismo, agradece a la Universidad de Navarra la cesión del Salón de Actos y otros espacios para que podamos realizar la reunión en estas magníficas instalaciones. Finalmente, también agradece la colaboración de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas apoyando esta reunión.

Como en años anteriores, se ha intentado gestionar con la revista *Journal of Chromatography A* (JCA) la creación de un volumen especial virtual dedicado a recoger los trabajos presentados en este congreso denominado como "SECyTA2024", para dar la posibilidad a los socios la presentación de sus comunicaciones en formato de artículo. Sin embargo, el contacto con el editor, en esta ocasión, ha sido difícil. Finalmente, se ha podido contactar con la editora María Luisa Riekkola, y a pesar de que los trabajos publicados han ido descendiendo paulatinamente estos últimos años, se va a intentar, tanto desde Presidencia como Comité Organizador Local, para que los trabajos presentados en Pamplona se puedan recoger en un Volumen Especial Virtual de JCA. La presidenta comenta que el hecho de que JCA haya bajado su *ranking* al segundo cuartil, tampoco ayuda a la que los socios enviemos nuestros trabajos a este VSI. En el caso de recibir respuesta positiva de JCA para el VSI, se comunicará a los socios y congresistas, la fecha límite del envío de

trabajos, así como las instrucciones para el envío de los mismos. Si hubiese alguna extensión de la fecha límite para el envío de los artículos se comunicaría a los socios y se actualizaría también en la web de la reunión.

## 2.2. Tercera edición premios SECyTA a tesis doctorales

La presidenta informa que en esta reunión continuamos con los premios a las mejores tesis doctorales leídas por nuestros socios jóvenes en el año anterior. El jurado ha estado constituido por el Dr. Juan Vicente Sancho Llopis que ha actuado como presidente, el Dr. Mario Fernández Martín que ha sido el secretario, el Dr. José Antonio González Pérez y el Dr. Alberto Chisvert Sania como vocales. El Jurado no tenía trabajos ni publicaciones en colaboración con los socios que presentaban sus tesis doctorales. En esta tercera edición, se han presentados doce tesis doctorales leídas en 2023. El fallo de los premios ya se anunció a los socios y están las actas del jurado en la página web y se entregarán los premios durante la ceremonia de clausura de SECyTA2024. La presidenta comenta que en esta ocasión la celeridad en comunicar el fallo, ha permitido que los premiados puedan asistir a la misma para recoger el premio y que nos presenten un breve resumen de su Tesis.

La presidenta felicita a los premiados: en 2023, la premiada es la Dra. Araceli Rivera Pérez y el accésit es para el Dr. Héctor Martínez Pérez-Cejuela.

La presidenta también informa que se ha actualizado la web de la SECyTA para recoger estos nuevos premios a Tesis Doctorales, además de los Premios JAGD. Aprovecha para dar las gracias al Dr. Mario Fernández por su colaboración en la actualización de la web, así como de las redes sociales, Facebook, Twitter y recientemente Instagram.

La presidenta anima a los socios jóvenes a que participen en la próxima edición, que con las sugerencias del jurado y el bagaje adquirido en estas tres ediciones, permitirán que los premiados puedan asistir y presentarnos sus tesis.

## 2.3. Congresos patrocinados por la SECyTA

La presidenta comenta que a lo largo del último año se ha solicitado colaboración y patrocinio por parte de la SECyTA en diferentes reuniones y congresos científicos:

18<sup>th</sup> International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Separation Technology (HTC2024) celebrado en Lovaina (Bélgica) del 28 al 31 de mayo, XI Reunión de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (RSEEM2024) celebrada en Barcelona del 26 al 28 de junio, donde la SEEM celebró su 25 aniversario, XI International Congress on Analytical Nanoscience and Nanotechnology (XI NyNA 2024) celebrado en Santiago de Compostela del 3 al 6 de septiembre, 34<sup>th</sup> International Symposium on Pharmaceutical and Biomedical Analysis (PBA2024) celebrado en Ginebra (Suiza) del 9 al 12 de septiembre, 34<sup>th</sup> International Symposium on Chromatography (ISC2024) celebrado en Liverpool (UK) del 6 al 10 de octubre, así como 54<sup>th</sup> International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2025) que se celebrará en Brujas del 15 al 19 de junio de 2025.

#### 2.4. Participación de SECyTA en Congreso conjunto de Sociedades

La presidenta indica que durante la reunión de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (RSEEM2024) celebrada en Barcelona del 26 al 28 de junio, donde la SEEM celebró su 25 aniversario, se produjo una reunión de los presidentes de diferentes sociedades afines: SECyTA (Ana María García Campaña), SEQA (María Montes Bayón), SEEM (Esteban Abad), SESMet (Oscar Yanes) y SEProt (Montserrat Carrascal) a propuesta de D. Esteban Abad y D.<sup>a</sup> Encarnación Moyano de la SEEM, a raíz de la experiencia de Farmaforum, propuesta por Bernabé Bodas de Sciex, con el planteamiento de organizar una reunión conjunta de las distintas sociedades para el año 2026. La presidenta agradece a D. Bernabé Bodas la iniciativa de que las sociedades nos volvamos a juntar en una reunión conjunta.

Como resultado de estos contactos se plantea la posibilidad de realizar esta reunión conjunta en febrero de 2026 en el Palacio de Congresos de Córdoba, ciudad de fácil acceso, oferta hotelera amplia, organizada por la Dra. Marisol Cárdenas por parte de SEQA. La fecha planteada inicialmente quizás no es la más idónea desde el punto de vista de SECyTA, pero es una propuesta. Se baraja la posibilidad de realizar *workshops* y cursos monográficos para cada sociedad, plenarias comunes y específicas, cada sociedad tendría su asamblea. Finalmente, SEProt no participaría en esta edición, ya que tenían un contrato exclusivo con una secretaría técnica.

La presidenta comenta que se informará a los socios con los avances sobre esta reunión conjunta en 2026, y espera que D. Bernabé Bodas nos pueda acompañar en esta reunión.

#### 2.5. Organización de la próxima reunión científica SECyTA 2025

La presidenta comenta que ya durante la asamblea de SECyTA2023, la Dra. Rosa María Marcé planteó Barcelona como sede de la Reunión de la SECyTA, dentro de EuroAnalysis2025, que se celebrará en Barcelona del 31 de agosto al 4 de septiembre de 2025. La Junta de Gobierno barajó esta propuesta, se analizaron los aspectos positivos y negativos y finalmente se ha aceptado. Algunos puntos que desde la junta se ven positivos es el no competir con un congreso internacional en el mismo país, el disponer de una sede y el mantener nuestra entidad dentro de EuroAnalysis2025, que ya tiene página web.

La presidenta comenta que una de las organizadoras, la Dra. Rosa María Marcé, es miembro de SECyTA, ha sido vocal de la Junta de Gobierno y está muy implicada con la Sociedad. Además, en el comité científico, también se encuentra Núria Fontanals, vocal de la junta de gobierno, y ha sido invitada la presidenta de SECyTA. La sede escogida es el Centro de Convenciones Internacional de Barcelona (CCIB), al norte de la ciudad, pero bien comunicado.

Desde SECyTA, ya se ha realizado una primera reunión con el comité local organizador, y las primeras ideas serían:

- *Meeting* SECyTA: 2 días (2 mañanas y 2 tardes) incluyendo paralelas para que siempre una sesión sea de técnicas separativas.
- Inscripción (600 € (seniors)/300 € (estudiantes)): incluye comidas y 2 cafés.
- Gestión del congreso (inscripciones, secretaría técnica, libro de resúmenes, aspectos económicos) se gestionan por EuroAnalysis.
- Se programa la Asamblea en esos días.
- Posibilidad de realizar algún curso propuesto por SECyTA para el domingo 31 de agosto.
- Se plantearán algunos conferenciantes plenarios y keynotes por parte de la SECyTA.
- Edición de los Premios José Antonio García Domínguez (Bruker) y el premio a la mejor tesis doctoral en un acto conjunto final.
- Número especial: Analytical and Bioanalytical Chemistry (Springer) con posibilidad de plan-

tear un número especial de JCA si SECyTA lo gestiona/decide.

- Gestión de nuestros *sponsors*: podemos solicitar a nuestros patrocinadores frecuentes la participación en esta reunión internacional.
- Becas a jóvenes investigadores de SECyTA.

La presidenta finaliza indicando que es interesante que SECyTA esté dentro de EuroAnalysis para darnos visibilidad como Sociedad, y que se irá informando a los socios de las novedades que vayan surgiendo.

## 2.6. Posibilidad de organizar por parte de SECyTA un Congreso Internacional: ISC2028

La presidenta comenta que ya se discutió a nivel de junta, y también se trajo este tema para tratarlo a nivel de Asamblea, que sería el que SECyTA vuelva a organizar un Congreso Internacional como ya se hizo en 2010 con el ISC en Valencia y en 2019 con el Iberian Meeting en Santiago de Compostela.

La presidenta comenta que ya contactó con el Dr. Michael Lammerhöffer, miembro del comité permanente de ISC y que le pareció una buena idea que la SECyTA organizara este evento en 2028. La propuesta de la presidenta es organizarlo en el Palacio de Congresos de Granada.

Se presentó la candidatura en junio de 2023 durante el HPLC2023 en Düsseldorf y se confirmó la aceptación de la candidatura durante septiembre de 2023. La presidenta comenta que asistió al ISC2024 celebrado recientemente en Liverpool, organizado por Tony Edge de Avantor, donde fue invitada a dar una conferencia y a presentar el ISC2028 en Granada.

El próximo ISC será el ISC2026 que tendrá lugar en Praga a principios de septiembre, organizado por Lucie Nováková y Michal Holcapek. La presidenta muestra el programa científico e indica que la estructura le parece la más adecuada también para ISC2028 en Granada. Respecto a los precios de inscripción objetivo, la propuesta de Praga parece la más aplicable a los costes en España, con precios similares a EuroAnalysis2025, 600-650 € senior y 300 € estudiante.

Respecto a las fechas, el Palacio de Congresos de Granada estaría disponible última semana de septiembre/primer día de octubre. Aunque falta mucho tiempo, hay que pensar en una secretaría técnica con experiencia en congresos internacionales.

## 2.7. Premios y reconocimientos a socios

La presidenta recuerda a los socios la publicación en el boletín de la SECyTA el *In Memoriam* al Dr. D. Manuel V. Dabrio Bañuls, que falleció el pasado 1 de febrero. Lamentablemente, el profesor Dabrio no nos pudo acompañar presencialmente en la reunión de Almería del 50 aniversario del GCTA, pero sí que participó mediante un vídeo, que preparó con especial ilusión. Hay que recordar, que Manuel Dabrio fue fundador del grupo GCTA e impulsor de la cromatografía en España a finales de los años 60, principios de los 70 del siglo pasado.

Finalmente, la presidenta quiere agradecer a los miembros de la Junta de Gobierno su dedicación a la Sociedad a lo largo de estos años, con pandemia incluida, con los que ha compartido responsabilidades desde que tomó la presidencia en 2019, y que deja ahora. La presidenta indica que la organización del ISC2028 en Granada y su compromiso con la Sociedad, la hacen presentarse de nuevo, en este caso como vicepresidenta, y espera recibir el respaldo de los socios. La presidenta comenta dos acciones de las que se enorgullece de que se hayan puesto en marcha durante su presidencia, como son el premio a las tesis doctorales y volver a organizar un Congreso Internacional por parte de SECyTA, como será ISC2028 en Granada.

La presidenta agradece la labor y dedicación de los compañeros de la Junta de Gobierno que no van a seguir: José María Sangenis, Begoña Jiménez, Mario Fernández y Joan Grimalt, y solicita un fuerte aplauso para ellos por su generosidad hacia la Sociedad.

En este momento, toma la palabra el tesorero, Dr. Jordi Díaz para recordar otro socio fundador que también falleció recientemente, el Dr. Francesc Farré Rius.

## 3. Informe de la secretaria

En su informe, la secretaria trató los siguientes temas.

### 3.1. Socios de la SECyTA

El secretario de la SECyTA, Dr. Juan V. Sancho, informa que, desde la última Asamblea General celebrada el 17 de octubre de 2023 en Mallorca, hasta hoy, 23 de octubre de 2024, se han recibido un total de 26 altas y 26 bajas. Tras tres ediciones (2019-2021) con balances negativos en número de socios, se revierte el cambio de tendencia observado de ligeras bajadas en las

ediciones anteriores con pequeñas subidas (2022-2023), y en esta edición (2024) se produce un balance neto de +0 socios. En el listado actual de Secretaría el número de socios a día de la celebración de esta Asamblea es de 519 socios. El secretario exhorta a los socios a que se animen a promocionar la Sociedad entre sus colegas, amigos, compañeros de departamento, estudiantes, etc., para hacer más grande, aun si cabe, la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

El número de altas ha disminuido respecto en la media de los últimos dos años mientras que las bajas se mantienen. De las 26 bajas, 8 corresponden a bajas estatutarias (debido a que el socio en cuestión lleva tres impagos consecutivos) y 4 corresponden jubilaciones/fallecimientos de socios. El resto de bajas (14) engloban las bajas anuales habituales, típicamente por cambios profesionales donde las técnicas cromatográficas ya no son tan importantes.

Al respecto de las bajas, el secretario recuerda, aunque supone que también lo hará el tesorero, que el socio que desea darse de baja, lo comunique a Secretaría o Tesorería a principio de año (enero o febrero) para que ya no se le pasen las cuotas y no genere gastos innecesarios por devolución de recibos.

### 3.2. Ayudas concedidas por la SECyTA

Se han concedido un total de 6 ayudas (de 500 € cada una) para la asistencia a congresos internacionales, distribuidos de la siguiente forma:

- 34<sup>th</sup> SETAC Europe Annual Meeting, May 5<sup>th</sup>–9<sup>th</sup>, 2024. Seville, Spain.
- 9<sup>th</sup> EuChems Chemistry Congress (ECC9), July 7<sup>th</sup>–11<sup>th</sup> 2024. Dublin, Ireland.
- Gordon research Conference. Biogenic Hydrocarbons and the Atmosphere, June 9<sup>th</sup>–14<sup>th</sup> 2024. Castelldefels, Spain.
- 73<sup>rd</sup> Conference on Mass Spectrometry and Allied Topics (ASMA2024), June 2<sup>nd</sup>–6<sup>th</sup> 2024. Anaheim, California, USA.
- 3<sup>rd</sup> European Sample Preparation Conference (EuSP2024), September 15<sup>th</sup>–September 18<sup>th</sup> 2024. Chania, Crete, Greece.
- 24<sup>th</sup> European Meeting on Environmental Chemistry /EMEC2024), November 26<sup>th</sup>–29<sup>th</sup> 2024. Alicante, Spain.

En este año la inversión en ayudas para que nuestros socios jóvenes puedan asistir a eventos interna-

cionales ha disminuido notablemente y ha vuelto a los valores de hace dos años.

Se han concedido un total de 2 ayudas (de 250 € cada una) para la asistencia a congresos patrocinados por nuestra Sociedad, distribuidos de la siguiente forma:

- 2<sup>nd</sup> European School of Metabolomics (EUSM2024), April 22<sup>nd</sup>–26<sup>th</sup> 2024. Granada, Spain.

Por lo tanto, en este año la inversión en ayudas para que nuestros socios jóvenes puedan asistir a eventos patrocinados ha disminuido notablemente. En cualquier caso, la política de becas debería revisarse en función de la disponibilidad presupuestaria de la Sociedad.

En el caso de la presente reunión, la Sociedad ha concedido un total de 19 becas de inscripción a la XXIII Reunión Científica de la SECyTA (que han supuesto un total de 4.750 €) y 19 ayudas de viaje (3.325 €) a jóvenes investigadores socios de la SECyTA que se desplazan desde fuera de Pamplona. De nuevo, se pone de manifiesto el esfuerzo de la Sociedad para que sus socios estudiantes puedan asistir y difundir los resultados de sus investigaciones, ya que a nivel global teniendo en cuentas todas las ayudas concedidas, ha supuesto una inversión en 2024 de 11.575 €.

### 3.3. Comunicación electrónica con los socios

El Secretario informa que desde la dirección de correo secretaria@secyta.es los socios han recibido a lo largo de este año 2024 hasta 10 diferentes envíos de comunicación por parte de Secretaría con novedades, cursos, congresos, ofertas de trabajos, etc. Se recuerda a los socios que pueden utilizar esta dirección (secretaria@secyta.es) para altas, preguntas, cuestiones, etc.

### 3.4. Número especial del Journal of Chromatography A

Como ya ha mencionado la presidenta, desde Secretaría también se recuerda a los asistentes que cuando se confirme 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 años anteriores, se enviarán las instrucciones a los congresistas para el envío de los artículos, así como la fecha. Se anima a los socios a que envíen los trabajos a publicar ya que los números de los últimos años han

sido relativamente bajos (3-4 publicaciones) para el número de comunicaciones presentadas a la reunión.

Finalmente, el secretario también se despide de los socios agradeciéndoles su apoyo y comprensión durante estos 8+1 años que ha ostentado el cargo de Secretario de la Sociedad. Agradece a la presidenta que hubiera confiado en él para seguir en el cargo durante un nuevo mandato, y mantiene su compromiso con la Sociedad, renovando como vocal, si recibe el respaldo de los socios.

#### 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 pérdidas y ganancias para el período del 1-7-2023 al 30-6-2024, ya que como se comentó en anteriores asambleas, las cuentas se han de aprobar por la misma según los Estatutos hasta el 30 de junio, fecha anterior a la Asamblea, ya que el ejercicio económico se cierra en esa fecha. Asimismo, se debe presentar un balance de pérdidas y ganancias, que realiza la asesoría fiscal que lleva los libros contables de la Sociedad. Sin embargo, el tesorero también presenta un balance de entradas y salidas de caja como el que ha venido presentando en las últimas asambleas.

Respecto a este balance el tesorero llama la atención sobre los siguientes puntos:

- El Boletín en este ejercicio no se ha autofinanciado ya que los ingresos por publicidad no superan a los costes de edición, reparto y gratificación de colaboraciones, aunque sólo aparece lo contabilizado y no lo facturado.
- Respecto a las cuotas de empresas, el tesorero agradece a las mismas su aportación al balance anual.
- Respecto a las cuotas de socios, tenemos unos ingresos ligeramente superiores a otros años, debido al aumento en el número de los mismos, ya que la cuota de socio se mantiene desde el año 2000. Los gastos resultan de la emisión de los recibos, devoluciones, etc.
- Este año los gastos de Junta, siguen siendo más elevados de lo habitual, no por realizar Juntas de Gobierno, sino por añadir en este capítulo, tres nuevos conceptos que ya incorporamos en ejercicios anteriores, como son la empresa con-

tratada para gestionar la Ley de Protección de Datos, así como la Asesoría Fiscal, además de los premios a las tesis doctorales, al ser una iniciativa de la Junta.

- Los gastos respecto a la web han sido bajos, sólo mantenimiento de dominio.
- Respectos a los impuestos, básicamente la declaración del IVA e IRPF, que depende del número de facturas que se emitan cada año.
- Como se puede observar, ya no hay intereses al no disponer del depósito fijo y solo aparecen gastos.
- En el apartado de congresos tenemos un balance negativo, que se comentará más adelante.
- El apartado de becas de ayuda a asistencia congresos internacionales y patrocinados, como ya ha comentado anteriormente el secretario, no coincide con el importe indicado, ya que las ayudas se pagan en dos plazos y el segundo plazo de muchas de ellas todavía no se ha realizado, y queda para el siguiente ejercicio económico.
- También se ha introducido un apartado de "otros", ya que llegaron unos cargos y unos ingresos de la aseguradora Línea Directa, ya que alguien se equivocaría en el número de cuenta. Curiosamente, se pudieron devolver los gastos, pero no los ingresos, por lo que tenemos una donación a la Sociedad.
- Por lo tanto, tenemos un balance negativo, pero con un saldo positivo en el banco que nos proporciona un colchón muy correcto.

A continuación, el tesorero presenta el balance de pérdidas y ganancias del ejercicio económico 2023/2024 que ha preparado el asesor fiscal. Aunque los conceptos varían ligeramente sobre el balance de caja presentado anteriormente, tenemos un balance cuadrado y con saldo negativo, ligeramente menor al de caja, ya que hay facturas que se han emitido antes o después del cierre del ejercicio, pero todavía no se han cobrado. En cualquier caso, confirma la misma tendencia que el anterior.

El tesorero también presenta el balance económico de la XXII Reunión Científica de la SECyTA celebrada en Mallorca en 2023. Cabe destacar que el balance de la reunión ha sido ligeramente negativo. El tesorero da las gracias al Comité Organizador por contener los gastos, ya que inicialmente parecía que iban a ser mayores. Respecto a ingresos, en esta ocasión, los ingresos por patrocinios han sido menores que en ediciones anteriores.



A continuación, el tesorero presenta un resumen de lo que ha supuesto económicamente para la Sociedad este congreso. Los gastos del congreso corresponden a las becas de inscripción y ayudas de viaje, viajes del comité organizador al ser en una isla, el balance final, así como al pago de los Premios José Antonio García Domínguez patrocinado por Bruker Española, S. A., a la que agradece el tesorero el patrocinio de los mismos, que llegan este año a la 19.<sup>a</sup> edición.

Al final de su intervención, el tesorero aborda algunos temas generales, y en primer lugar comenta que a fecha actual todo el dinero de la Sociedad está en cuenta corriente y que como sociedad científica no deberíamos contratar fondos de inversión y correr riesgos con el dinero de nuestros socios. Por otra parte, el tesorero comenta los esfuerzos por minimizar las comisiones bancarias que nos cobra el BBVA, pero han sido infructuosos porque no hay una persona física con la cual negociar tras el cierre de oficinas bancarias, etc.

Respecto al tema de los impagados, este año ha habido unos 15, lo que nos genera gastos bancarios, aunque no resulta en un gasto excesivo. Independientemente, el tesorero recuerda a los socios que si en lugar de no pagar la cuota correspondiente al año en curso se avisase a la Sociedad de la baja correspondiente antes de pasar al cobro de las cuotas (habitualmente a final del primer trimestre), se haría un favor a la Sociedad.

Finalmente, el tesorero muestra un histórico desde su inicio como tesorero con María José González como presidenta en 2011-2015, con Francisco Javier Santos como presidente en 2015-2019 y finalmente con Ana María García Campaña como presidenta en 2019-2024. Ahora en estas nuevas elecciones se vuelve a presentar, pero como presidente, habiendo sido 13 años con la misma persona controlando el dinero de la Sociedad.

El tesorero comenta que de los ingresos de la Sociedad en estos últimos 13 años, más de la mitad han sido aportaciones de los socios, con una cuota que recuerda el tesorero, no se ha incrementado desde la fundación de la Sociedad (5.000 pesetas = 30 €). La otra mitad ha sido a partes iguales, las cuotas de las empresas y los resultados de la organización de congresos. El tesorero agradece a las empresas presentes el haber aportado la cuarta parte de todos estos ingresos, pero sobre todo a Mario Fernández por la la-

bor desinteresada a lo largo de estos 13 años, o incluso más, como vicesorero en la sombra, llevando a cabo la gestión de IVA, IRPF y colaboraciones de las empresas, para el que pide un aplauso de parte de los socios.

En la parte de gastos, hemos invertido dos terceras parte en becas para nuestros socios jóvenes, la mitad en becas para las reuniones de la SECyTA y aproximadamente un 17 % en becas de congresos patrocinados e internacionales. El tesorero comenta que está orgulloso de haber firmado en nombre de la Junta un montón de transferencias para que un número enorme de socios jóvenes hayan podido formarse en cromatografía asistiendo y participando en estas reuniones y congresos, y por lo tanto, cumpliendo con la misión fundacional de la Sociedad de promover la cromatografía y otras técnicas separativas.

Finalmente, el tesorero comenta que, desde el último balance de la anterior Tesorera de 2011, Begoña Jiménez, y a pesar de haber dado todas estas becas y realizar todos gastos para el funcionamiento de la Sociedad, a día de hoy se disponen de casi 120.000 €. El tesorero comenta que ha sido un placer trabajar bajo las presidencias de María José González, Francisco Javier Santos y Ana María García Campaña a lo largo de estos 13 años, y añade también a los secretarios y secretarías, con los que ha estado en constante comunicación, Belén Gómara y Juan Vicente Sancho.

La presidenta indica a los socios que han solicitado las ayudas que, para no alargar la Asamblea, se acerquen al lugar de la sala donde se encuentran el Secretario y el tesorero para recibir el cheque bancario correspondiente, toda vez que ya han finalizado sus respectivos informes.

## **5. Continuación de punto 5 del orden del día: Elecciones a la Junta de Gobierno**

Una vez finalizado el proceso de votación de los socios asistentes, y realizado el escrutinio por parte de los miembros de la mesa electoral, tanto de los votos presenciales como los votos enviados por correo, el presidente de la mesa electoral, Dr. José Carlos Díez Masa, comunica a los presentes el resultado de la votación:

- Votos emitidos totales: 89.
- Votos emitidos válidos: 88.
- Votos nulos: 1.
- Votos en blanco: 0.

# NOTICIAS DE LA SECyTA

El reparto de los votos emitidos ha sido el siguiente:

Presidente:

- Dr. Jordi Díaz Ferrero (IQS, Barcelona): 88.

Vicepresidente:

- Dra. Ana María García Campaña (Universidad de Granada): 88.

Secretario:

- Dra. Núria Fontanals Torroja (Universitat Rovira i Virgili, Tarragona): 87.

Tesorero:

- Dr. Xavier Ortíz Almirall (IQS, Barcelona): 86.

Vocales:

- Dra. Marta Lores Agúin (Universidade de Santiago de Compostela): 87.
- Dr. Javier Hernández Borges (Universidad de La Laguna): 85.
- Dra. Patricia Plaza Bolaños (Universidad de Almería): 85.
- Dr. Juan Vicente Sancho Llopis (Universitat Jaume I, Castellón): 88.
- Dra. Belén Gómara Moreno (IQOG-CSIC, Madrid): 86.
- Dra. Ana Isabel Ruiz Matute (IQOG-CSIC, Madrid): 86.
- Dra. Elena González Peña (Universidad de Navarra, Pamplona): 85.

Una vez finalizada la votación, la presidenta quiere agradecer el trabajo realizado por los miembros de la mesa electoral. Asimismo agradece a todos los socios de la SECyTA la participación en estas elecciones.

También da la enhorabuena al nuevo presidente, Dr. Jordi Díaz Ferrero, a la nueva secretaria, Dra. Núria Fontanals Torroja, y al nuevo tesorero, Dr. Xavier Ortíz Almirall, así como a los nuevos vocales que se incorporan a la Junta de Gobierno, Dr. Javier Hernández Borges, Dra. Patricia Plaza Bolaños y Dra. Ana Isabel Ruiz Matute.

## 6. Ruegos y preguntas

A continuación, se abre el turno de ruegos y preguntas.

El Dr. Joan Grimalt pide la palabra para comentar que realizar una reunión conjunta de distintas sociedades es una actividad muy interesante, pero su propuesta va más en la dirección de que la SECyTA y la SEEM puedan llegar en un futuro a fusionarse. Basa su propuesta en que los objetivos de las dos socieda-

des son muy afines y que muchos socios de las dos sociedades son comunes, lo que reforzaría las actividades de la sociedad conjunta. A modo de ejemplo, el Dr. Grimalt comenta que, en este año al coincidir las dos reuniones, tanto de la SEEM en junio como la de SECyTA en octubre, ese gran número de socios comunes ha tenido de priorizar entre ellas, lo que afecta al éxito de participación. El Dr. Grimalt termina su intervención indicando que se debería explorar esta vía con la asesoría de algún gabinete especializado.

En nombre de los editores del Boletín, el Dr. Mario Fernández recuerda a los socios que el Boletín es la revista de la Sociedad y que tenemos que sentirla como propia y estar orgullosos de publicar en ella y de poder contribuir con nuestros trabajos. El Dr. Fernández recuerda que hay secciones que no se incluyen en algunos números porque no hay aportaciones de los socios, como la sección de reseñas bibliográficas. Además, también recuerda a los socios jóvenes que redactar un artículo para el Boletín también es un trabajo formativo, y que no hay ningún problema en publicarlo en inglés, si les resulta más sencillo. También recuerda a los socios jóvenes la sección de resúmenes de tesis doctorales defendidas por los socios, que empezó muy fuerte cuando se lanzó pero que en los últimos números ha descendido, y seguro que no es porque los socios no presenten tesis doctorales, como ya hemos visto en la participación del Premio SECyTA a Tesis Doctorales. Así que anima a los socios presentes que envíen sus resúmenes al Boletín cuando defiendan sus tesis, un o dos meses antes de junio o diciembre para que aparezcan en el Boletín correspondiente.

El Dr. Mario Fernández también da las gracias en lo personal a la Junta por todo lo que se ha comentado en esta asamblea.

La presidenta da las gracias a todos los editores del Boletín, Mario Fernández, María Luz Sanz, Ana Cristina Soria y Ana Isabel Ruiz por todo el trabajo excelente que hacen para producir unos Boletines tan interesantes para los socios.

En este punto del orden del día y a la vista de que no hay más ruegos ni preguntas ni más asuntos que tratar, la presidenta da por finalizada la 24.ª Asamblea General de la SECyTA a las 20:03 h. del citado día, de todo lo cual doy fe como Secretario y firmo la presente con el Vº Bº de la presidenta.

**JUAN VICENTE SANCHO LLOPIS**

*Secretario de la SECyTA  
Pamplona, 23 de octubre de 2024*



# INFORMACIONES

## IN MEMORIAM PROFESOR FRANCISCO FARRÉ RIUS (1936-2024)

El día 17 de agosto de este pasado año, recibí una llamada telefónica: una voz llena de tristeza que identifiqué rápidamente como María Teresa Solà que, reprimiendo un sollozo, me dijo: *el Quico ha mort. (Francisco, Quico entre nosotros, ha muerto).*

La llamada de Teresa, esposa de Francisco Farré Rius, me llegó al teléfono móvil: siempre lo arrastramos casi como una segunda piel, por lo cual, la muy triste noticia me pilló lejos, y me impidió corresponder como hubiera deseado: en una dramática despedida de un colega, que la cromatografía unió y nos hizo entrañables amigos y compañeros de viajes y aventuras, en las que la protagonista fue esta técnica y metodología, eficiente amiga: la más patente técnica separativa.

En 1963, según me parece recordar, fue la primera vez que vi a Francisco, en el laboratorio de bioquímica de la Universidad de Barcelona; yo pasaba por allí buscando un tema para el proyecto de Química Técnica; nos saludamos, pero no retuve su nombre. Cuando hacía tres meses que yo había defendido la tesis en la Universidad de Madrid, en septiembre 1966, fui a París al primer Congreso de Pirólisis-Cromatografía de gases: uno de los trabajos presentados era parte de la tesis de Francisco Farré Rius, dirigida por el Profesor Georges Guiochon, de la muy prestigiosa *Ecole Polytechnique de Paris*, en el laboratorio *Gay Lussac*. Allí nos conocimos Francisco y yo: rápidamente nos hicimos amigos y maniacos de las columnas, sufridores de los inyectores, anhelantes de las capilares y esperanzados en los nuevos detectores. Éramos doctores, novatos, pero con grandes ilusiones en lo que nos permitiría realizar lo que habíamos aprendido. Además, allí encontramos al Dr. Manuel Dabrio Bañuls, que efectuaba una estadia postdoctoral con el Dr. Guiochon. Fue un encuentro, casi casual, pero fructuoso y nos comprometimos a coincidir, los tres, en el octavo *Congress on Gas Chromatography* en Roma en el otoño de 1970.

Francisco Farré fue fichado rápidamente por la empresa norteamericana Perkin Elmer, compañía



puntera en utillaje científico, especialmente en el diseño y fabricación de nuevos aparatos para cromatografía de Gases. Manuel Dabrio, que falleció el uno de febrero de 2024 (boletín 45 de SECyTA) obtuvo la plaza de colaborador científico del CSIC, en el Instituto de Química Orgánica General en Madrid. Yo, el tercero del encuentro de París, ya había sido contratado por el Instituto Químico de Sarria de Barcelona.

Francisco Farré tuvo una gran contribución en el desarrollo y puesta a punto de las técnicas cromatográficas en España; desde la Perkin Elmer ayudó de forma muy importante para que centros de investigación y desarrollo de nuestro país pudieran conseguir los recursos económicos en convocatorias públicas, para acceder a los aparatos de cromatografía, a fin de potenciar líneas de trabajo muy diversas.

Aquel encuentro de París fue fuente de numerosas coincidencias, especialmente en Madrid y en

Barcelona, que cristalizaron en la posibilidad de crear un grupo especializado en cromatografía dentro de la Real Sociedad Española de Física y Química (RSEFQ). Fue en octubre de 1972 que, casi por azar, coincidimos, en el despacho que compartían Manuel Dabrio y J. Calderón Martínez: M. Dabrio, Francisco Farré, Joan Albaigés, José Antonio García Domínguez y yo; fue en este encuentro, cuando decidimos gestionar la creación del grupo especializado en cromatografía. Los participantes en aquella reunión, firmamos una carta dirigida a la RSEFQ y Manuel Dabrio aceptó el encargo de tramitar nuestra solicitud a quién correspondiera.

Así el 27 de octubre de 1972 fue autorizada por la RSEFQ la constitución del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines presidido por la Dra. María Josefa Molera.

Gracias a la creación de aquel grupo, denominado bastantes años Grupo de Cromatografía y Técnicas afines (GCTA) y a las hábiles y acertadas gestiones de Francisco Farré, se consiguió que el *10<sup>th</sup> International Symposium on Chromatography de 1974*, tuviera lugar en Barcelona, desde el día 30 de septiembre al día 4 de octubre, dentro del marco de "Expoquimia". El simposio de Barcelona fue muy importante, no tan solo para la consolidación del GCTA, sino también para el reconocimiento de la joven, pero entusiasta cromatografía española, haciendo realidad el trabajo del Dr. Pedro Ferrer Pi S. J., y publicado en la revista "Afinidad" en octubre de 1956 con el título: "La Cromatografía de Gases, nueva arma de la Técnica".

Nuestro estimado amigo Francisco, incluso mucho más allá de la jubilación, siempre ha mantenido una constante inquietud científica precisamente en un ámbito, como el genoma humano, en el que la cromatografía ha tenido y sigue teniendo una muy especial singularidad: enardecimiento e interés que Farré Rius puso de manifiesto, y cuando, siendo director ejecutivo de la "Residencia de Investigadores" de Barcelona, encargó al músico Joan Guinjoan las obras: "*Verbum*", "*Genoma Humà*" y la "*Tercera Sinfonía Sincrotó Alba*". Por otra parte, su brillante gestión, en el ambiente científico francés, fue reconocida con el nombramiento de *Chevallier de l'Ordre National du Mérit* en 2012.

¡Mucho debemos los cromatografistas españoles a nuestro querido *Quico!*, como científico inquieto, excelente y singular batallador para que nuestra incipiente investigación se consolidara, gracias a su gran capacidad de relaciones con especialistas: tanto del ámbito científico como del tecnológico e industrial.

¡Descansa en paz, querido Francisco!; los especialistas en cromatografía te recordaremos con cariño siempre y, como uno de los fundadores primero del CGTA, y ahora de SECyTA.

*Un especial agradecimiento para María Teresa, esposa del Dr. Francisco Farré y a su hija Erola, por la información fotográfica suministrada.*

**MIQUEL GASSIOT MATAS**

**IN MEMORIAM PROFESORA YOLANDA PICÓ**

Apreciados socios,

Con mucho pesar, lamentamos comunicaros el fallecimiento el pasado 13 de febrero de nuestra compañera Yolanda Picó García, socia de la SECyTA y Catedrática de la Universidad de Valencia del área de Nutrición y Bromatología en el Departamento de Medicina Preventiva.

Yolanda fue una destacada investigadora en el campo cromatográfico, con numerosas contribuciones científicas, así como una persona muy vinculada a nuestra sociedad, de la que fue vicepresidenta de su Junta de Gobierno en diversos períodos desde 2005 hasta 2017. Además, fue organizadora de varias reuniones científicas, entre ellas el *28<sup>th</sup> International Symposium on Chromatography (ISC2010)* que se celebró en Valencia en septiembre de 2010 y del que todos guardamos un grato recuerdo.



Yolanda Picó también pertenecía al Centro de Investigaciones sobre Desertificación (CIDE), centro mixto en el que intervienen tres instituciones, la Agencia Estatal Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), la Universitat de València (UV) y la Generalitat Valenciana (GVA). Desde 2007, dirigía el grupo de investigación en Seguridad Alimentaria y Medioambiental (SAMA-UV), grupo de excelencia Prometeo de la Comunidad Valenciana. Con más de 30 años de experiencia, su trayectoria científica y en la que se ha basado la mayor parte de sus estudios, se ha centrado en el desarrollo y validación de métodos de análisis innovadores para la determinación de contaminantes orgánicos en alimentos y medioambiente, el desarrollo de métodos y modelos para el control de las rutas y la evaluación de la exposición de contaminantes medioambientales y el desarrollo de herramientas y métodos para mejorar el conocimiento sobre su impacto. En los últimos años, su investigación se centró en el impacto del cambio climático, el desarrollo de métodos para mejorar el medioambiente y el establecimiento de la huella del desarrollo humano en los ecosistemas y su biodiversidad. Todo esto, en última instancia, relacionado con la salud humana a través del concepto "one health" que contempla la interacción entre la salud humana, animal y medioambiental.

Queremos transmitir nuestro sincero pésame a su familia, compañeros y amigos.

Descanse en paz.

Un abrazo,

**JUNTA DE GOBIERNO**

## CONGRESOS CELEBRADOS

### 3<sup>rd</sup> European Sample Preparation Conference (EuSP) and 2<sup>nd</sup> Green and Sustainable Analytical Chemistry Conference (GSAC)

The 3<sup>rd</sup> European Sample Preparation Conference (EuSP 2024) and 2<sup>nd</sup> Green Sustainable Analytical Chemistry Conference (GSAC 2024) were held simultaneously in Chania, Crete (Greece) from September 15<sup>th</sup> to 18<sup>th</sup>, 2024. Recognized by the EuChemS and supported by EuChemS-DAC as well as EuChemS-DAC Sample Preparation Study Group and Network, these events were chaired by Eleftheria (Elia) Psillakis from the Technical University of Crete, Greece. Building on the success of their virtual editions in 2021 and 2022, the conferences provided a platform for experts to discuss advancements in sample preparation and green analytical chemistry, focusing on innovative research and cutting-edge technology.

The conference opened **on Sunday, September 15<sup>th</sup>**, with a pre-conference course supported by the IUPAC project 2021-015-2-500 on the greenness evaluation of sample preparation methods by AGREEprep, led by Francisco Pena-Pereira (University of Vigo, Spain) and Juan L. Benedé (University of Valencia, Spain). Following the course, the Opening Ceremony was held, featuring welcoming remarks by the chairwoman Eleftheria Psillakis (Technical University of Crete, Greece) and Slavica Ražić (University of Belgrade, Serbia). The first Plenary Lecture was delivered by Damià Barceló (IDAEA-CSIC, Spain), titled 'Microplastics in the Environment: Analytical Chemistry Methods, Sorption Material, Risks and Sustainable Solutions'. This lecture highlighted the urgent need for action on the global issue of plastic pollution (including micro- and macroplastics), which impacts both terrestrial and marine ecosystems, through scientific, legislative, and educational solutions to address their impact on environmental and health. The day concluded with a Welcome Reception, offering participants the opportunity to network in a relaxed setting.

**Monday, 16<sup>th</sup>** began with a Plenary Lecture by Lourdes Ramos (Spanish Scientific Research Council, Madrid, Spain), who discussed deep eutectic solvents as green solvents with potential for addressing the extraction and isolation of organic contaminants from complex matrices. Two parallel sessions followed,

each featuring two keynote lectures. José Manuel Herrero-Martínez (University of Valencia, Spain) presented innovative strategies for recycling plastic waste from analytical laboratories into valuable functional materials for sample preparation, aligning with the theme of New Materials and Devices. Meanwhile, Frantisek Švec (Lawrence Berkeley National Laboratory, USA) explained how electrospun nanofibers, enhanced with surface modifications and made from various polymers, provide efficient solid-phase extraction for diverse analytical applications, addressing the theme of Green Analysis. Each session was followed by three oral communications.

The first poster session took place during the coffee break, after which additional keynotes were presented by María Llompart (University of Santiago de Compostela, Spain), and Sibel Ozkan (Ankara University, Turkey), introducing the sessions Environmental Analysis and Green Sensors, respectively. María Llompart's keynote focused on the determination of hazardous chemicals derived from recycled tire rubber microplastics used in playgrounds and sports fields, while Sibel Ozkan's discussed molecular imprinting technology for developing selective synthetic receptors for analyte detection. Each session concluded with four oral presentations.

Following the lunch break, a workshop about Artificial Intelligence (AI) for Publishing and Research was conducted by David Peralta, an editor at Wiley-VCH, highlighting the opportunities and challenges of AI in academic publishing. The afternoon continued with poster sessions, sponsor exhibitions, and parallel sessions on Deep Eutectic Solvents and Green Metrics. These sessions featured keynotes by Lorena Vidal (University of Alicante, Spain) on benefits and limitations of deep eutectic solvents in microextraction, and Francisco Pena-Pereira (University of Vigo, Spain) on evaluating analytical systems using metric tools, respectively. Additional sessions on Microextraction and Environmental Monitoring included the Ganfeng Ouyang's keynote (Sun Yat-sen University, China) on recent advancements in solid-phase microextraction (SPME), and Zoltan Mester's (National Research Coun-

cil of Canada, Canada) on ultra-trace element analysis using SPME, respectively. Each session included four oral communications on the respective topics.

On **Tuesday, September 17<sup>th</sup>**, the schedule followed a similar format, starting with a Plenary Lecture by Alejandro Cifuentes (CIAL, National Research Council of Spain, Spain), discussing foodomics research on natural green extracts for Alzheimer treatment. Subsequent, there were two keynote sessions: one on Miniaturization by Manuel Miró (University of the Balearic Islands, Spain) who discussed 3D printing technologies for miniaturizing and automating liquid-phase microextraction, and another on Natural Product Analysis by Elena Stashenko (Universidad Industrial de Santander Bucaramanga, Colombia) who explored Colombia's rich plant biodiversity through various extraction techniques and advanced analysis of plant-insect interactions and emerging contaminants. Each keynote was followed by three oral communications.

The day also included poster sessions during coffee breaks and sponsors exhibitions. Keynotes introducing sessions on Green Separations and Couplings featured Rafael Lucena (University of Córdoba, Spain), who discussed Ambient Ionization Mass Spectrometry (AIMS) for rapid analysis of complex samples without prior sample preparation step, and Green Solvents, with Elena Ibáñez (CIAL, National Research Council of Spain, Spain) speaking about the combination of natural deep eutectic solvents (NADES) with supercritical CO<sub>2</sub> extraction for efficient, greener extraction of bioactive compounds from almond waste. Each of these sessions included four oral presentations. After lunch break, afternoon highlights featured last poster session, parallel four oral sessions from young researchers who discussed a wide range of themes, a workshop on supporting early-career scientists in publishing, and a roundtable discussion on the greenness of standard sample preparation methods. The day concluded with a scenic networking dinner overlooking Crete's landscape.

On **Wednesday, September 18<sup>th</sup>**, the program opened with a keynote by Torsten C. Schmidt (University of Duisburg-Essen, Germany) on the development of an automated analytical methodology using hollow fiber-liquid phase microextraction (HF-LPME) and parallel artificial liquid membrane extraction (PALME) for trace analysis of aromatic amines in small urine volumes. This session, introducing Bioanalysis, was followed by oral communications and a keynote by

Alberto Chisvert (University of Valencia, Spain), on miniaturizing stir bar sorptive dispersive microextraction (SBSDME) technique for the efficient, automated extraction of low-volume biological samples. Later, Valérie Pichon (Sorbonne University, France) discussed the miniaturization of extraction techniques with molecular recognition to improve sensitivity and selectivity for trace analysis in complex samples, and Bezhan Chankvetadze (Tbilisi State University, Georgia) delivered a keynote titled 'Green, Sustainable, and Circular Separation Science'. The final Plenary Lecture, presented by Stig Pedersen-Bjergaard (University of Oslo, Norway), highlighted electro membrane extraction for green, high-selectivity sample clean-up and pre-concentration.

The day concluded with the Closing Ceremony, led by the chairwomen Eleftheria Psillakis (Technical University of Crete, Greece) and María Llompart (University of Santiago de Compostela, Spain). This ceremony included awards featuring five prizes for the best oral and poster presentations, sponsored by the Royal Society of Chemistry Separation Science group, the EuChemS-DAC Sample Preparation Study Group and Network, and Chemistry Europe. Additionally, a newly introduced Young Innovator Award was presented, aligned with the conference theme of innovation. Participants of EuSP2024 | GSAC2024 were invited to submit manuscripts for a Special Issue in 'Advances in Sample Preparation' (SAMPRE) by Elsevier and finally, the ceremony concluded with the announcement of EuSP2026 | GSAC2026, which will be held in Santiago de Compostela, Spain, chaired by María Llompart.

In summary, the conference offered an enriching experience, showcasing innovative strategies for sample preparation and green chemistry. I appreciate the Scientific Committee of EuSP2024 | GSAC2024 and the Spanish Society of Chromatography and Related Techniques (SECyTA) for supporting my participation in this remarkable conference. I highly recommend attending the next in Santiago de Compostela, Spain.

**ANA CASTIÑEIRA LANDEIRA**

*Laboratorio de Investigación y Desarrollo  
de Soluciones Analíticas (LIDSA)  
Cross-disciplinary Research in Environmental  
Technologies (CRETUS)  
Departamento de Química Analítica,  
Nutrición e Bromatología  
Universidade de Santiago de Compostela*

## CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **SETAC Europe 35<sup>th</sup> Annual Meeting**  
11-15 de mayo de 2025. Viena (Austria)  
*Local Chair: H. Schreiber*  
<https://www.setac.org/discover-events/global-meetings/setac-europe-35th-annual-meeting.html>
2. **41<sup>st</sup> International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis**  
18-21 de mayo de 2025. Arizona (EE. UU.)  
*Chairs: A. Ros, C. Harrison y M. A. Hayes*  
<https://msb2025.asu.edu/>
3. **III Jornadas de Jóvenes Investigadores de la SEEM (III JJI-SEEM)**  
11-13 de junio de 2025. Miraflores (Madrid)  
*Chairs: L. Sánchez, M. Musatadi, M. Mata y A. Castiñeira*  
<http://www.e-seem.org/Jornadas-Jovenes-Investigadores-de-la-SEEM/>
4. **XXIII European Conference on Food Chemistry (EUROFOODCHEM XXIII)**  
11-13 de junio 2025. Bratislava (Eslovaquia)  
*Chair: Z. Ciesarová*  
<https://eurofoodchem2025.schems.sk/>
5. **54<sup>th</sup> International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2025)**  
15-19 de junio de 2025. Brujas (Bélgica)  
*Chairs: G. Desmet, K. Broeckhoven, D. Cabooter, S. Eeltink, F. Lynen y P. Sandra (Honorary Chair)*  
<https://hplc2025-bruges.org/>
6. **Metabolomics 2025: 21<sup>st</sup> Annual International Conference of the Metabolomics Society**  
22-26 de junio de 2025. Praga (Chequia)  
*Chairs: T. Pluskal y D. Friedecký*  
<https://www.metabolomics2025.org/>
7. **ITP 2025: 31<sup>st</sup> International Symposium on Electro- and Liquid-Phase Separation Techniques**  
24-27 de agosto de 2025. Ankara (Turquía)  
*Chairs: S. A. Ozkan y A. Golcu*  
<https://www.itp2025.org/itp2025/>
8. **EUROANALYSIS 2025: XXII Edición de la European Conference on Analytical Chemistry**  
31 de agosto-4 de septiembre de 2025. Barcelona.  
*Chairs: en el comité organizador local (catalán) hay 3 socios de SECyTA (R. M. Marcé, S. Lacorte y C. Gómez)*  
<https://www.euroanalysis2025.com/index.php>
9. **ExTech 2025: 27<sup>th</sup> International Symposium on Advances in Extraction Technologies**  
8-11 de septiembre de 2025. Mülheim an der Ruhr (Alemania)  
*Chair: T. C. Schmidt*  
<https://extech2025.com/>
10. **37<sup>th</sup> International Symposium on Preparative and Process Chromatography (PREP 2025)**  
29 de septiembre-2 de octubre de 2025. Filadelfia (EE. UU.)  
*Chairs: O. Dapremont, S. Menegatti y N. Vecchiarello*  
<https://www.prep2025.org/>
11. **Dioxin 2025: 45<sup>th</sup> International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants (POPs)**  
1-6 de noviembre de 2025. Antalya (Turquía)  
*Chair: P. Kurt-Karakus*  
<https://www.dioxin2025.org/default>
12. **MicroTAS 2025: 29<sup>th</sup> International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences - Micro-Total Analysis Systems**  
2-6 de noviembre de 2025. Adelaida (Australia)  
*Chairs: M. Breadmore, R. Guijt y C. Priest*  
<https://microtas2025.org>



# NUEVAS TESIS DOCTORALES



## “Determination of organic contaminants using new materials and solvents from a green analytical chemistry perspective”

Autor: **Cecilia Ortega Zamora**

Directores: Dr. Javier Hernández Borges y Dr. Javier González Sálamo

Grupo de investigación: Applied Analytical Chemistry (AChem)

Día y lugar defensa: 26 de junio de 2024. Univ. de La Laguna

### Resumen:

Una de las principales tendencias en Química Analítica es el desarrollo de metodologías de extracción eficientes y sostenibles basadas en los principios de la Química Analítica Verde (GAC). En este sentido, en esta Tesis Doctoral se diseñaron y evaluaron nuevos disolventes de punto eutéctico ultra-bajo naturales (NADESs) y polímeros sensibles a estímulos como fases de extracción para la determinación de diferentes contaminantes emergentes y persistentes (plastificantes, fármacos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, bifenilos policlorados y plaguicidas, entre otros) en muestras ambientales, alimentarias y biológicas. Estos nuevos materiales mostraron una capacidad de extracción comparable a la de los convencionales, reduciendo significativamente su impacto ambiental al ser parcial o totalmente biodegradables.

En lo que respecta a los NADESs, se prepararon y caracterizaron disolventes cuasi-hidrofóbicos a partir de mentol o fenol combinados con ácido acético, y se aplicaron en procedimientos de microextracción líquido-líquido dispersiva de muestras acuosas sin emplear disolventes de dispersión. Además, se desarrolló una versión mejorada basada en la solidificación de la gota orgánica, lo que amplió su aplicabilidad a matrices más complejas y facilitó la manipulación de la gota tras la extracción. Se prepararon también varias mezclas eutécticas a diferentes relaciones molares a partir de los mismos compuestos para mejorar la robustez del método.

Por otro lado, se introdujo por primera vez el uso de polímeros autodegradables en preparación de muestra, diseñados para despolimerizarse bajo estímulos específicos tras su uso. Se sintetizaron y caracterizaron dos tipos de sorbentes poliméricos: los polímeros de cadena escindible y los polímeros dinámicos covalentes, que demostraron una alta eficiencia en técnicas miniaturizadas de extracción en fase sólida dispersiva. Además, estos materiales presentan la ventaja de degradarse en fragmentos de baja o nula toxicidad o, incluso, en sus compuestos originales al aplicar estímulos adecuados. En el caso del polímero de cadena escindible, se comprobó también que el producto obtenido tras su degradación podía ser repolimerizado permitiendo obtener el polímero original.

Los procedimientos desarrollados fueron optimizados, validados y aplicados al análisis de muestras acuosas, incluyendo diferentes tipos de aguas, bebidas y orina. La separación y detección de los contaminantes objeto de estudio se llevó a cabo utilizando cromatografía de líquidos de alta y ultra-alta eficacia o cromatografía de gases acopladas a diferentes detectores tanto convencionales como de espectrometría de masas. Además, la sostenibilidad de los métodos fue evaluada mediante diferentes métricas basadas en la GAC, en la Preparación de Muestra Verde y en la Química Analítica Blanca, obteniendo puntuaciones favorables cuando se consideraba exclusivamente la etapa de preparación de muestra.

En conjunto, esta Tesis Doctoral proporciona diversas soluciones innovadoras y sostenibles para la preparación de muestras, contribuyendo al avance de la GAC y al diseño de procedimientos analíticos más respetuosos con el medio ambiente.

# NUEVAS TESIS DOCTORALES



## “Metodologías analíticas avanzadas para el aseguramiento de la calidad de complementos alimenticios y la extracción selectiva de compuestos bioactivos”

Autor: **Ignacio Jiménez Amezcua**

Directores: Dras. A.C. Soria Monzón, M.L. Sanz Murias y A.I. Ruiz Matute

Grupos de investigación: Dpto de Análisis Instrumental y Química Ambiental (IQOG, CSIC) y Dpto. Técnico de Pharmactive Biotech Products S.L.U. (Doctorado industrial)

Día y lugar defensa: 16 de diciembre de 2025. Univ. Complutense de Madrid

### Resumen:

El mercado de complementos alimenticios de origen vegetal (CAV) está en constante crecimiento, impulsado por el estilo de vida de la sociedad moderna, donde estos productos se enfocan a la mejora del rendimiento, la salud o el bienestar del consumidor. Sin embargo, su creciente demanda y las limitaciones en cuanto a su regulación ha propiciado un entorno idóneo para que los CAV sean objeto de prácticas fraudulentas que afectan a su calidad, generando desconfianza en los consumidores y provocando pérdidas económicas en las empresas del sector. Para abordar estos problemas, es crucial desarrollar metodologías analíticas avanzadas que permitan evaluar la autenticidad y calidad de los CAV, así como mejorar los procesos de extracción de compuestos bioactivos para su empleo como nuevos ingredientes funcionales o complementos alimenticios mediante metodologías eficaces y medioambientalmente respetuosas.

Esta Tesis Doctoral se ha centrado en dos objetivos principales:

1. Evaluación de la calidad y autenticidad de los CAV mediante técnicas cromatográficas (GC, LC) acopladas a espectrometría de masas (MS) o análisis directo por MS (DIMS). Estas metodologías han permitido detectar fraudes en complementos de *Coleus forskohlii* y ajo negro, asociados al contenido del compuesto bioactivo declarado, a la adición de sustancias no declaradas en el etiquetado, a la presencia de compuestos bioactivos de origen sintético o a la sustitución de la fuente natural por otra de menor valor económico.
2. Optimización de la extracción y fraccionamiento de compuestos bioactivos mediante técnicas avanzadas [asistidas por microondas (MAE) o ultrasonidos (UAE) o empleando líquidos presurizados (PLE)]. Además, se ha explorado el uso de disolventes eutécticos profundos naturales (NADESs) como alternativa sostenible a los disolventes convencionales para el fraccionamiento selectivo de carbohidratos bioactivos de bajo peso molecular frente a los no bioactivos a partir de mezclas sintéticas o extractos vegetales, logrando un alto enriquecimiento en carbohidratos bioactivos.

Los resultados incluidos en esta Tesis Doctoral suponen, no sólo una contribución reseñable en el área de la Química Analítica, sino también en el de la Ciencia y Tecnología de los Alimentos y, en particular, en el de los complementos alimenticios e ingredientes alimentarios, de gran interés y repercusión actual para consumidores, empresas productoras y comercializadoras del sector y organismos reguladores.



## “Obtención, caracterización analítica y aplicación industrial de extractos bioactivos procedentes de los sectores agroalimentarios y acuícola.”

Autor: **Aly Jesús Castillo Zamora**

Directores: Dra. Marta Lores Aguín y Dra. Carmen María García Jares

Grupo de investigación: Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Soluciones Analíticas (LIDSA), Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Universidad de Santiago de Compostela

Día y lugar defensa: 21 de junio de 2024. Univ. de Santiago de Compostela

### Resumen:

El sector agroalimentario enfrenta el desafío de satisfacer demandas de producción cada vez más complejas, en un escenario marcado por la disminución progresiva de las fuentes de materias primas y suelos cultivables. La gestión adecuada de residuos para convertirlos en subproductos de alto valor añadido y la integración de fuentes renovables desatendidas emergen como soluciones sostenibles. En este contexto, esta tesis aborda la revalorización de subproductos y la exploración de nuevas fuentes de materias primas, adaptando metodologías analíticas actuales y procesos extractivos sostenibles, demostrando su viabilidad práctica.

La tesis se organiza en tres bloques. El primero se enfoca en el desarrollo y aplicación de metodologías cromatográficas para la identificación de compuestos bioactivos en matrices acuícolas y agroalimentarias. Se optimizaron técnicas de extracción como la dispersión de matriz en fase sólida (MSPD) y el sistema a mediana escala a temperatura ambiente (MSAT) para la extracción de compuestos bioactivos de diversas matrices de algas, como subproductos de la industria vitivinícola. Se utilizaron técnicas cromatográficas acopladas a diversos detectores como LC-DAD, LC-MS/MS y GC-MS, para caracterizar extractos ricos en carotenoides y lípidos de algas, así como compuestos fenólicos del bagazo de la uva. También se desarrolló un algoritmo metabolómico para su empleo en el análisis mediante alta resolución UHPLC-QTOF enfocado en la identificación de nuevos compuestos bioactivos en estas matrices.

El segundo bloque se centró en la validación de los extractos obtenidos, evaluando su impacto tanto en la mejora funcional de un alimento como en la nutrición de animales de granja. Así, se determinó el efecto de la adición de una pasta de microalga sobre la estabilidad de un alimento mediante un estudio periódico que incluyó análisis del enriquecimiento bioactivo, evaluación microbiológica y análisis reológicos. Por otro lado, se llevó a cabo un estudio *in vivo* para determinar el efecto funcional de los compuestos fenólicos del bagazo de la uva, mediante su seguimiento metabolómico a través del sistema digestivo de cerdos de engorde.

El tercer bloque se centró en la escalabilidad de estas metodologías, desarrollando un sistema piloto para la producción a gran escala de estos extractos bioactivos.



# EMPRESAS colaboradoras

## PROTECTORAS

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

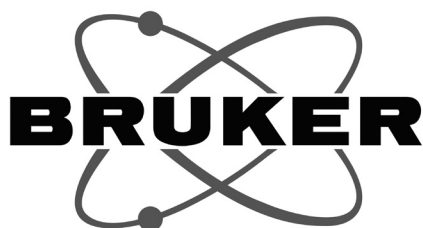
## ASOCIADAS

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

## NOTA DEL COMITÉ EDITORIAL

*Desde el boletín queremos comunicar que, a partir de este número, se incorpora como miembro del Comité Editorial Ángel de la Puerta, del Instituto de Química Orgánica General (CSIC) y socio de la SECyTA. También os comunicamos la salida del comité de Mariluz Sanz, del mismo instituto, quien durante muchos años ha sido motor del boletín, destacando su compromiso y dedicación al mismo, y con quien estamos seguros de poder seguir contando en el futuro. Nuestro agradecimiento y reconocimiento a su labor de todos estos años y, ¡¡bienvenido, Ángel!!*

# NOVEDADES TÉCNICAS



## TARGETSCREENER 4D WORKFLOW: PROVIDING SOLUTIONS IN ENVIRONMENTAL MONITORING STUDIES

Konstantina S. Diamanti<sup>1</sup>; Dimitrios E. Damalas<sup>1</sup>; Georgios O. Gkotsis<sup>1</sup>; Eleni I. Panagopoulou<sup>1</sup>; Maria-Christina Nika<sup>1</sup>; Nikolaos S. Thomaidis<sup>1</sup>; Arnd Ingendoh<sup>2</sup>; Eva-Maria Niehaus<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> National and Kapodistrian University of Athens, Athens, Greece; <sup>2</sup> Bruker Daltonics GmbH & Co. KG, Bremen, Germany

### Abstract

This Application note highlights the importance of advanced analytical methodologies for comprehensive environmental monitoring to control threats from thousands of daily-released organic chemicals. Trapped Ion Mobility Spectrometry (TIMS) coupled to High Resolution Mass Spectrometry (HRMS) enhances the reliable identification of various contaminants, including several with persistent bioaccumulative and toxic characteristics (PBT).

TIMS offers significant advantages by improving the data quality. Moreover, the TargetScreener 4D database includes ion mobility-derived collision cross section (CCS) information for thousands of target compounds, ensuring comprehensive and confident compound identification.

### Keywords

TargetScreener 4D, timsTOF, CCS values, environmental monitoring.

### Introduction

Thousands of chemicals originating from anthropogenic sources are released daily into the environment.

There is an increasing concern to humans and animals health as well the environment in general. Therefore, a comprehensive and systematic environmental monitoring is necessary for the establishment of effective mitigation measures for contaminants with PBT properties. This study investigates the unique contribution of TIMS to HRMS to achieve the confident identification of thousands of contaminants. TIMS adds highly significant benefits which have an extreme importance when dealing with a large number of targets.

Aside of simply applying the CCS values as an added criterion for compound identification, TIMS generates an additional, truly orthogonal separation to HPLC and MS and efficiently cleans up background noise in both MS and MS/MS for increased ID scoring in different environmental matrices.

Therefore, standard solution mixes containing more than 1,000 environmental contaminants in total were used for the TargetScreener 4D database setup. CCS values were registered for each ion species, making it an efficient solution for comprehensive compound identification with highest confidence.

The included compounds belonged to several classes, such as pharmaceuticals, personal care products, drugs of abuse, pesticides, as well as their transformation products. As test samples, different environmental matrices were utilized, representing the challenge and needed performance for a comprehensive screening approach.

### Experimental

The typical concentration levels for the standard solution mixes containing > 1,000 environmental contaminants were C = 100 µg/L. The solutions were analyzed in triplicate to ensure repeatability. General sample preparation protocols for the extraction of a broad range of contaminants from different environmental matrices were applied to reduce differences in the results by preparation artefacts. All analyses were performed using the Elute UHPLC, the ESI source (Apollo II) and the timsTOF Pro 2 HRMS (Bruker, Bremen, Germany).

Data was acquired in broadband Collision Induced Dissociation (bbCID) mode with either ion mobility switched on or off (timsON or timsOFF). This acquisition mode is a data independent method providing possibilities of retrospective analysis. TargetScreener 4D methods and database were applied for sample screening and confident identification and validation of all targets.

# NOVEDADES TÉCNICAS

## Database setup and data quality check

As a starting point, a CCS-aware database with a high number of environmental contaminants was established. The CCS values were determined experimentally for the analytes for which standards were available. For the remaining analytes that were included in the previous version of the 3-dimensional Target Screener, CCS prediction was implemented from their elemental composition and structure with a machine learning approach. CCS prediction was also implemented for analytes with experimental CCS values, and both matched typically within 2 % error. Figure 1 shows a part of the library containing compound information for:

- Exact  $m/z$  values representing the most abundant ion in full scan MS.
- Retention time (RT) for the applied standard UHPLC separation method.
- $1/K_0$  and the derived CCS values for each ion species corresponding to a compound.

- Qualifier bbCID MS/MS ions & full scan MS ions (ions with >50 % relative intensity are set as mandatory ions).

Figure 2 shows the extracted ion chromatogram (EIC) and the extracted ion mobilogram (EIM) of the fungicide Ethirimol in the TASQ® (Target Analysis for Screening and Quantitation) software as one example.

## Quality assurance for CCS measurements

To ensure the quality of the CCS measurements, a quality control protocol was implemented. Triplicate analyses of a standard biomolecule mixture were performed. These biomolecules were part of the Unified CCS Compendium [1] with validated CCS values based on DTIMS-HRMS.

These measurements were carried out before, during, and after analyzing the standard solution mix-

m/z	RT	Formula	Name	CCS	1/K0	Qual1	Qual2	Qual3	Qual4	Qual4 Name	Qual4 1/K0	Qual1 Spectrum Type	Qual2 Spectrum Type	Qual3 Spectrum Type	Qual4 Spectrum Type
303.2319	9.47	C20H30O2	17-alpha-Methyltestosterone	177.63	0.8487	97.0648	109.0648	285.2213				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
313.0795	7.96	C14H13FN2O3	5-Hydroxyflunitroxin	168.58	0.8065	295.0689						bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
328.1543	3.87	C19H21NO4	6-O-Monoacetylmorphine (MAM)	176.31	0.8451	211.0754	268.1332	193.0648				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
284.1194	5.05	C18H14N3O1F1	7-Aminoflunitrazepam	164.48	0.7836	135.0917	227.0979	256.1245				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
337.2122	4.44	C18H28N2O4	Acebutolol	190.11	0.9122	116.1070	72.0808	74.0600				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
170.1176	2.93	C9H15N2O2	Acetidine	138.31	0.6400	82.0651	128.1070	110.0964				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
238.0993	9.81	C13H17ClNO*1+	Alachlor/Fragm Z38	149.85	0.7079	162.1277	147.1043	132.0808	270.12553	Alachlor (M+H)	0.7513	bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
198.1349	4.91	C8H15N5O	Atrazine 2-Hydroxy	147.94	0.6915	156.0880	86.0349	114.0662	395.2626	Atrazine 2-Hydroxy (2MH+)	0.9994	bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
404.1241	8.45	C22H17N3O5	Azoxystrobin	195.72	0.9452	372.0979	344.1030	329.0795				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
309.1822	3.29	C17H20N6	Baquioprim	179.10	0.8564	294.1587	277.1322	171.0917				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
316.0080	6.71	C14H10N3O1Br1	Bromazepam	162.29	0.7767	182.0839	209.0947	288.0131				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
319.0804	5.72	C16N2H19Br	Brompheniramine	167.19	0.8005	274.0226	167.0730					bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
195.0877	4.27	C8H10N4O2	Caffeine	140.46	0.6559	138.0662	83.0604	110.0713				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
441.1670	6.94	C24H20ON4O3	Candesartan	196.75	0.9528	207.0917	263.1291	235.0978				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
341.2111	8.81	C22H28O3	Canrenone	185.87	0.8923	107.0855	97.0648	187.1117				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan
306.2064	9.38	C18H27NO3	Capsaicin	183.16	0.8755	137.0597	122.0362	069.0699				bbCID	bbCID	bbCID	fullscan

Figure 1. Establishment of a library containing compound information.

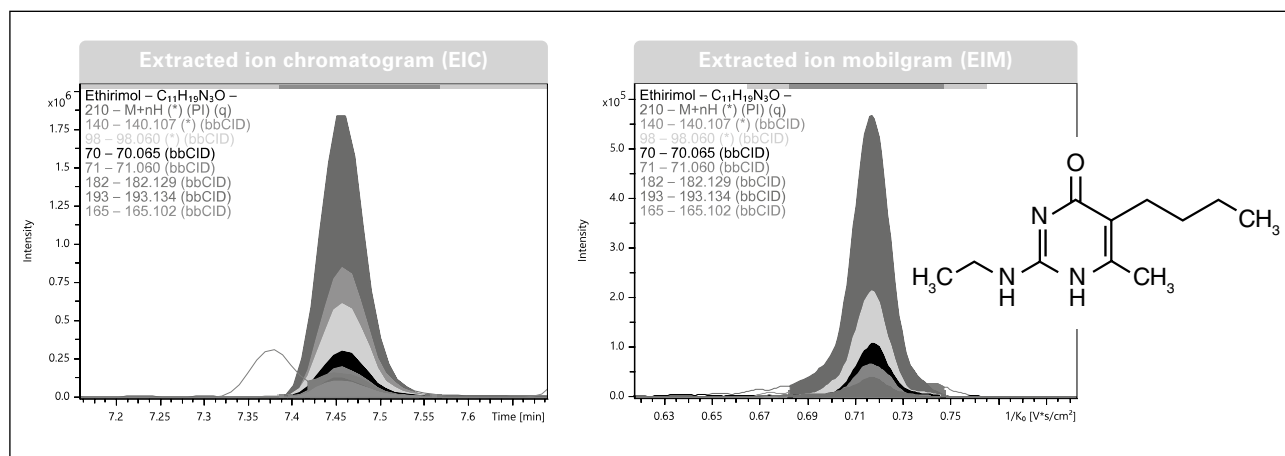


Figure 2. Extracted ion chromatogram and ion mobilogram for Ethirimol at a reference standard solution of 100 ppb or µg/L.

es. The protocol aimed to evaluate CCS accuracy by calculating  $\% \Delta \text{CCS}$  between the experimental and

the reference CCS values. Additionally, CCS precision was assessed in terms of  $\% \text{RSD}$  ( $n = 3$ ).

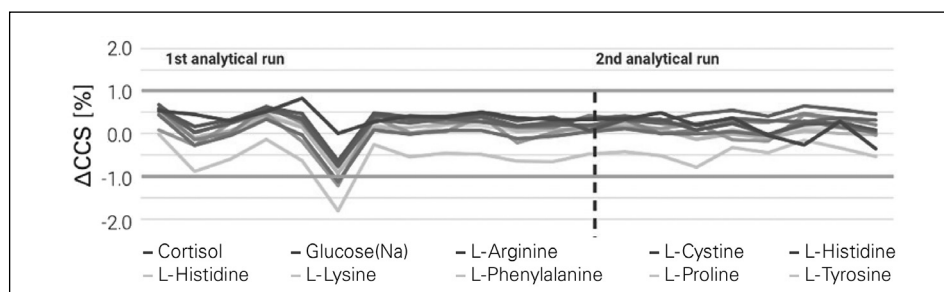


Figure 3. Evaluation of injections before, during and after each analysis.

#### Criteria for acquiring CCS measurements:

- Individual compound  $\text{RSD} \leq 0.7\%$  [1].
- Maximum individual  $\Delta \text{CCS} \leq 1\%$  [1].
- $\% \Delta \text{CCS}$  of experimental CCS values in comparison with the corresponding literature values measured by drift tube ion mobility  $< 2\%$ .

#### Separation of isomeric compounds based on varied ion mobilities

In Figure 4, the extracted ion chromatogram of  $m/z$  264.1958 is presented, illustrating the presence of two isomeric compounds, namely O-Desmethylvenlafaxine, a primary metabolite of the antidepressant

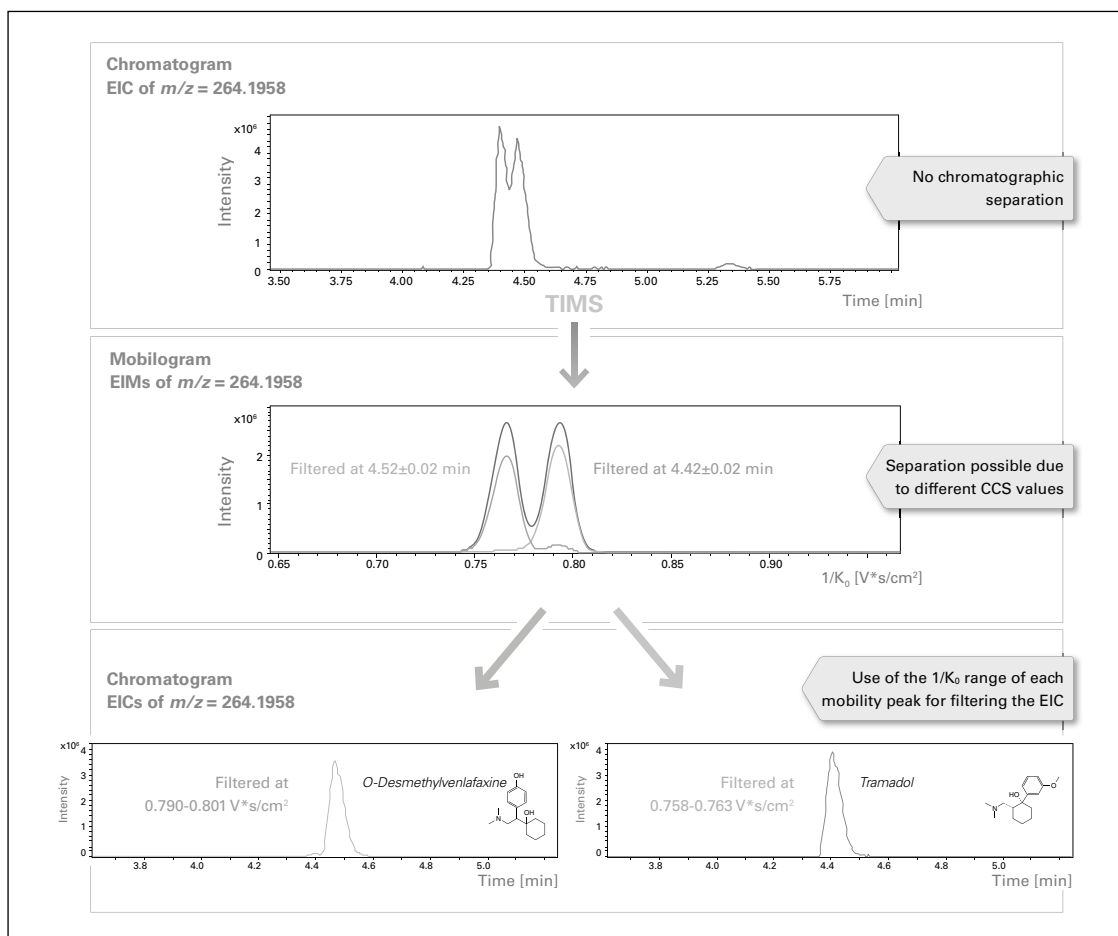


Figure 4. Analysis of hospital wastewater.

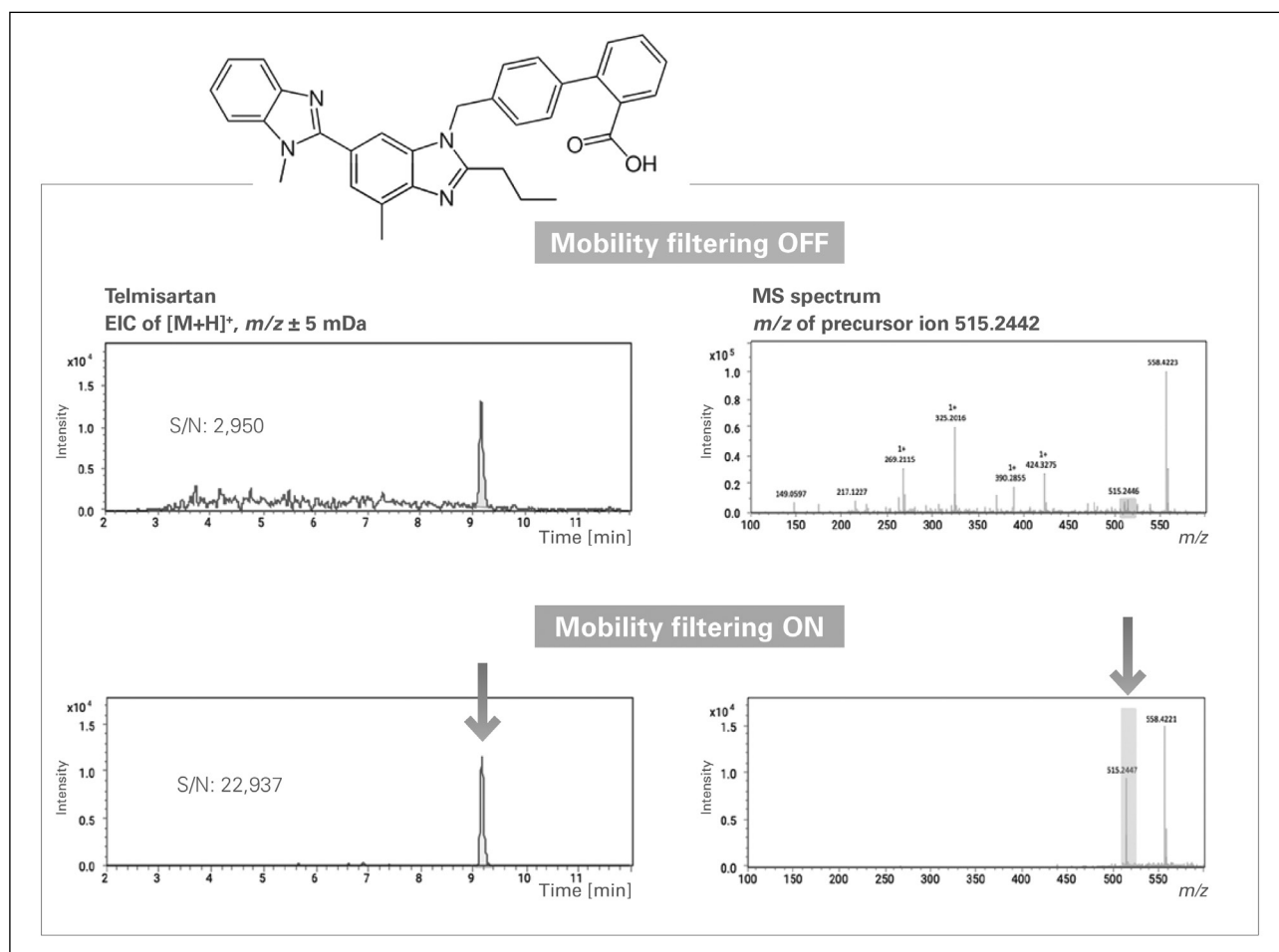
Venlafaxine, and the opioid analgesic Tramadol, in hospital wastewater. Due to their structural similarity (isomeric compounds), these compounds exhibit significant overlap when separated solely using UHPLC. However, by combining the known RT of each compound with ion mobility, distinct and well-separated mobility peaks for the two compounds (represented by green and blue colors) can be observed. Furthermore, utilizing the known  $1/K_0$  values (ion mobility values  $K_0$ ) not only achieves fully resolved EIM, but also enables confident identification of each isomeric compound due to mobility filtering of the EICs.

## Achieving lower method detection limits

In addition to facilitating the separation of isomeric compounds and introducing a new criterion for compound identification, ion mobility significantly enhances the quality of MS and MS/MS data, leading to a

remarkable improvement in analysis sensitivity. Figure 5 showcases two EICs of the drug Telmisartan ( $m/z$   $515.2442 \pm 0.005$  Da) in seawater, one with mobility filtering OFF and the other with mobility filtering ON using a filter of  $1/K_0$  width  $\pm 0.01$   $V^*s/cm^2$ . The signal-to-noise ratio (S/N) of the EIC increases by nearly one order of magnitude, resulting in a much cleaner peak. This enhancement has the potential to significantly improve the method limit of detection (LOD) for Telmisartan.

This spectral clean-up from background noise is as well observed in the MS spectrum of Telmisartan itself. Applying the ion mobility filter on the acquired raw data eliminates background noise and highly cleans up the MS spectrum for the component of interest. This demonstrates even more clearly the advantage of TIMS for achieving lower detection limits and a more definite and confident identification of each component of interest.



**Figure 5.** EICs and MS spectra of Telmisartan with Mobility filtering OFF and ON ( $1/K_0$  width  $\pm 0.01$   $V^*s/cm^2$ ).



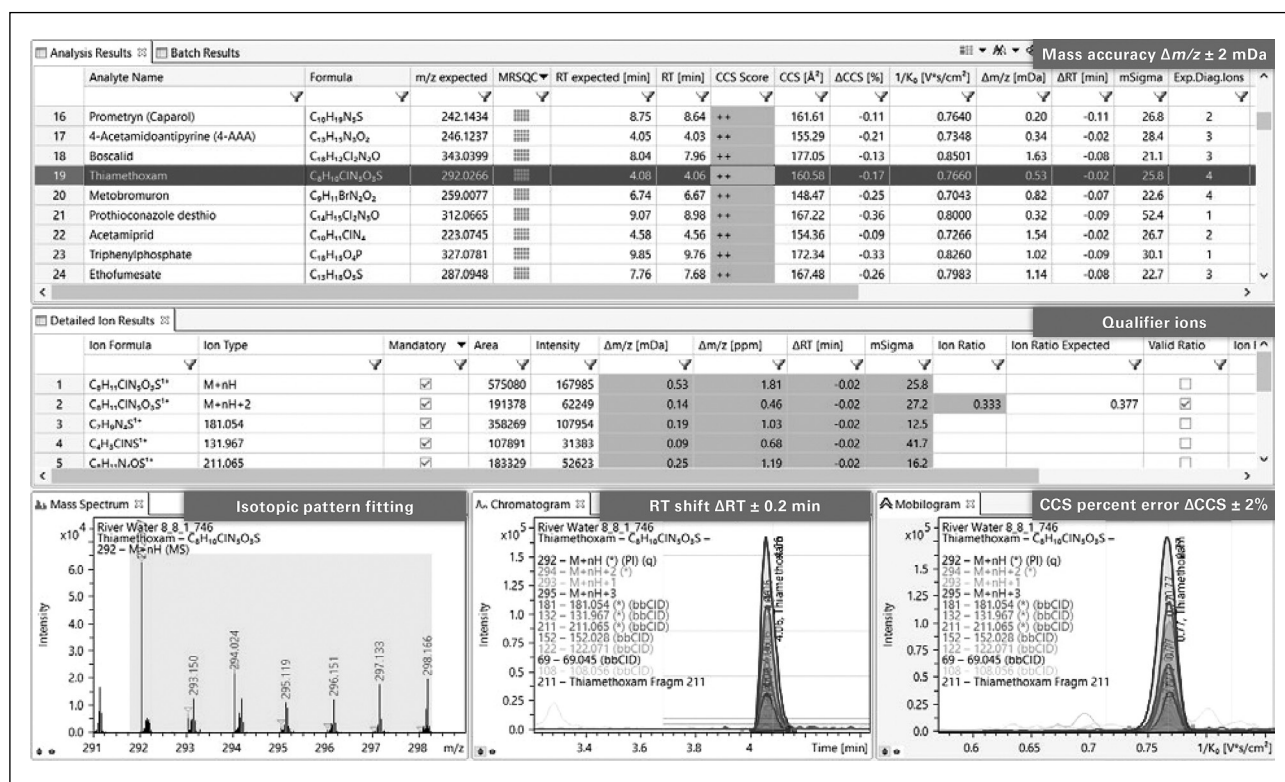
## Comprehensive overview of analysis results in TASQ

A standard representation of the graphical user interface (GUI) and the information provided by the software TASQ regarding the investigated contaminants in a river water sample are presented in Figure 6. The GUI provides a comprehensive view of the compound identification, facilitated by the multi-dimensional MRSQC score, which considers identification parameters such as  $m/z$  accuracy (mass-to-charge ratio, M), retention time shift (R), isotope pattern fitting (mSigma, S), qualifier ions (Q) and CCS error values (C). This score allows for a quick visual assessment of the compound's quality.

## 4D-Identification: Strengthening wide-scope target screening with ion mobility-derived CCS values

This workflow typically achieves mass accuracies within the range of  $\pm 2$  mDa. By simply clicking on a specific compound of interest, users can easily access an intuitive overview of the qualifier ions' detection and matches, as well as the isotope patterns, RT, and CCS values, which can be manually inspected for further verification. CCS scoring demonstrates the CCS robustness in standard and complex samples. Moreover, the data quality is positively influenced by using ion mobility filtering. This will result in less reviewing and more confidence in the result.

## Overview in analysis in TASQ



**Figure 6.** Overview in the software TASQ to show the overall analytical performance of the TargetScreener 4D workflow. Shown is the example of the insecticide Thiamethoxam in river water.

## Summary

In this study, a CCS-aware database was established, containing LC-ESI-TIMS-HRMS data of more than 1,000 environmental contaminants, typically found in environmental matrices. A highly curated quality assurance

of the CCS measurements was performed to validate the application and usefulness of this criterion for target identification. This results in a 4D wide-scope target screening approach for identifying contaminants in environmental samples and demonstrates the benefits of LC-TIMS-HRMS in environmental monitoring studies.

# NOVEDADES TÉCNICAS

**Color-coded screening results**

Straightforward reviewing of either a sample or an analyte as desired by the analyst. Once reviewed, qualitative and quantitative sample reports are then easily generated.

**M R S Q C**

Mass accuracy  
Retention time  
mSigma value (Isotopic pattern)  
Qualifier ions (Diagnostic ions)  
CCS value

Parameter within narrow window  
Value between narrow and wide limits  
Parameter outside the wide tolerance window  
No score available

The hyphenation of TIMS with HRMS benefits environmental monitoring and improves both data quality as well as information retrieval dramatically, in particular if thousands of compounds have to be screened in a single sample simultaneously. The ion mobility filtering suppresses matrix signal and provides higher quality mass spectra even in highly complex matrices. This in turn highly improves sensitivity and limits of detection for any analyte. Ion mobility derived CCS values are an additional identification criterion and reinforce the established identification point system for wide-scope target screening, enhancing the identification confidence in environmental monitoring.

Finally, the added 4<sup>th</sup> dimension of TIMS assists in the separation of various isomeric/ isobaric co-eluting compounds. Isomeric analytes like Tramadol and O-Desmethylenlafaxine pose an analytical chal-

lenge. TIMS provides an additional dimension for separation of such compounds that permits quantitative analysis

TargetScreener 4D workflow including TIMS provides:

- 1) **Clean-up of chromatograms and spectra.**
- 2) **Additional ID criterion.**
- 3) **Separation and quantitation of isomers.**

## References

- [1] J. A. Picache et al., Collision cross section compendium to annotate and predict multi-omic compound identities, Chem. Sci., 2019, 10, 983-993, DOI: 10.1039/C8SC04396E.

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

## Bruker Switzerland AG

Fällanden · Switzerland  
Phone +41 44 825 91 11

## Bruker Scientific LLC

Billerica, MA · USA  
Phone +1 (978) 663-3660



marketing.bams.emea@bruker.com - www.bruker.com



## INSTRUMENT: PEGASUS® GC-HRT 4D

### Improved Identification of Brand-Distinguishing Analytes in Perfume Samples with GC×GC and HR-TOFMS

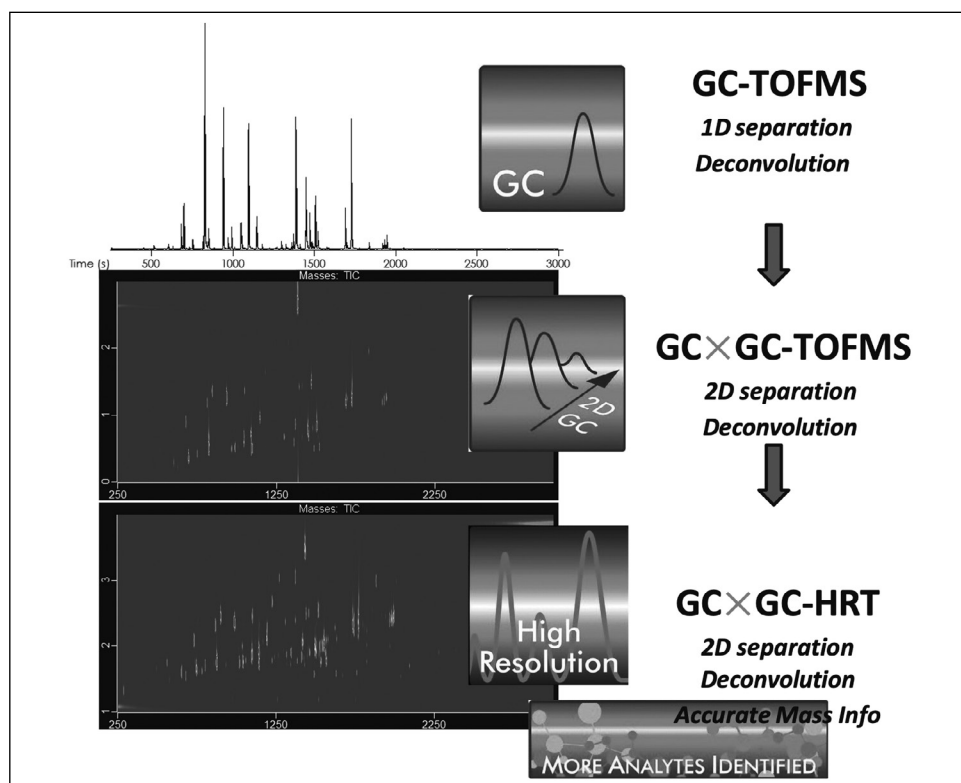
LECO Corporation; Saint Joseph, Michigan (USA)

**Key Words:** Pegasus HT, Pegasus 4D, Pegasus GC-HRT 4D, Perfume Analysis.

#### Introduction

Sample differentiation is important in the perfume industry, and distinguishing samples and their individual analytes can help maintain quality control, aid process optimization, and drive product development through competitive analysis and brand awareness. These anal-

yses are often done with non-targeted analytical methods based on as gas chromatography with mass spectrometry detection (GC-MS), because targeted approaches typically yield insufficient analyte coverage to fully understand the samples. GC-TOFMS is a powerful analytical tool for characterization, and additional analytical capabilities, such as GC×GC and HR-TOFMS, provide an even greater amount of information for an analyst to determine what they have been missing. GC×GC pairs an additional complementary separation to improve the chromatographic separation of first dimension coelutions. High resolution TOFMS adds another layer of information to the analysis with accurate mass data that are used for definitive formulae determinations and confident analyte identifications. Brand and imitation perfumes were analyzed and compared with GC-TOFMS, GC×GC-TOFMS, and GC×GC-HR-TOFMS. These analytical technologies together offer a comprehensive picture of the perfume samples and the ability to distinguish and confidently identify differentially expressed analytes, including many with important odor characteristics, some that were challenging to separate with a one-dimensional separation, and others that were difficult to identify without HR-TOFMS.



**Figure 1.** Perfume samples were analyzed by GC-TOFMS, GC×GC-TOFMS, and GC×GC-HR-TOFMS. Each platform added analytical capabilities which led to an overall increase in separated and confidently identified analytes.

## Experimental

A brand and two drugstore imitation perfume samples were analyzed by GC and GC×GC coupled to TOFMS, and also with GC×GC coupled to

high resolution TOFMS (GC×GC-HR-TOFMS). The samples were diluted in ethanol prior to injection and analyzed by LECO *Pegasus*® HT, 4D and GC-HRT 4D, with the instrument conditions listed in Table 1.

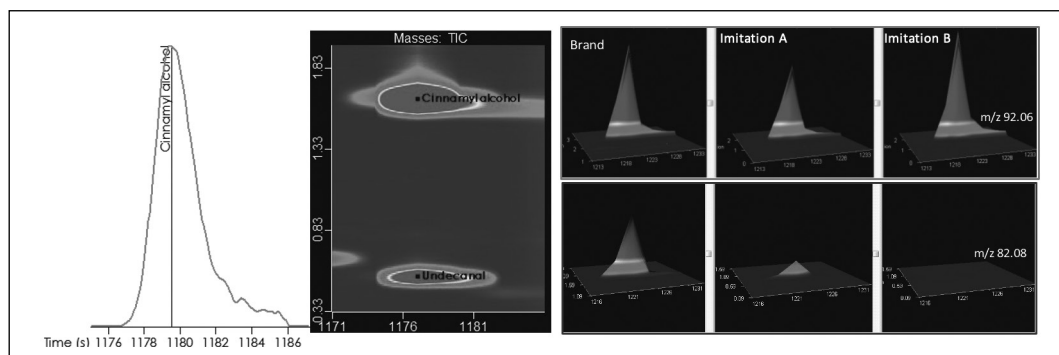
**Table 1.** Instrument Conditions

GC	LECO GC×GC Quad Jet Thermal Modulator & MPS2 Autosampler
Injection	1µL, splitless @ 250 °C
Carrier Gas	He @ 1.0 mL/min, Constant Flow
Column One	Rxi-5ms, 30 m x 0.25 mm i.d. x 0.25 µm (Restek)
Column Two	Rxi-17SilMS, 1.20 m x 0.25 mm i.d. x 0.25 µm (Restek)
Temperature Program	40 °C (2 min), to 280 °C @ 5 °C/min (10 min) Secondary oven maintained +15°C relative to primary oven
Modulation	3 s with temperature maintained +15 °C relative to secondary oven
Mass Spectrometer	LECO <i>Pegasus</i> HT/4D or <i>Pegasus</i> GC-HRT 4D
Transfer Line	250 °C
Ion Source Temperature	250 °C
HRT Acquisition Mode	High Resolution, R = 25,000 (FWHM)
Ionization Mode	EI
Mass Range (m/z)	33-500
Acquisition Rate	20 spectra/s (100 spectra/s for GC×GC)

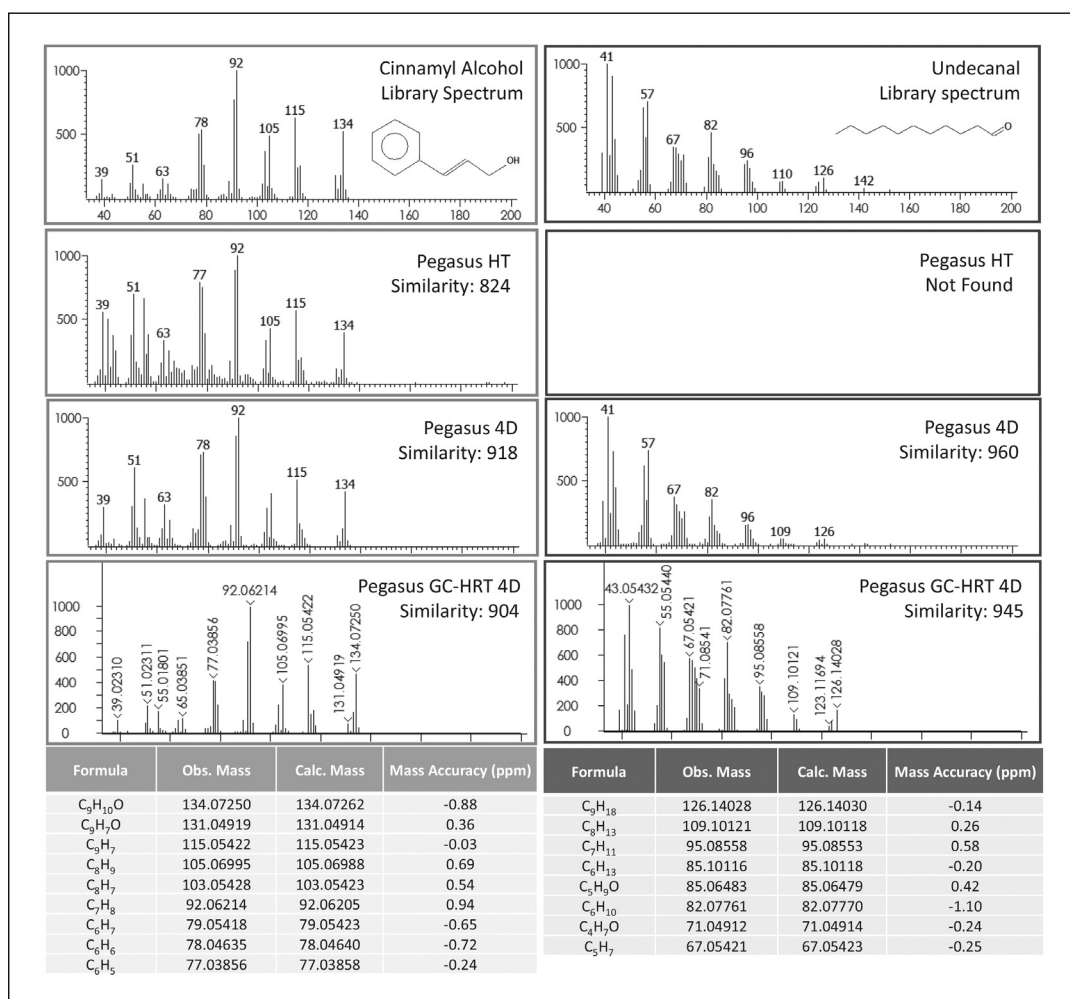
## Results and Discussion

Hundreds of analytes were detected and identified within the perfume samples, many with important odor characteristics and differential expression between the brand and imitation samples. Esters, aromatic species, terpenes, oxygenated terpenes, and phthalates were all observed and many had differential expression between the brands. This type of analysis gave insight into the similarities and differences between the brand and imitations, and a great deal

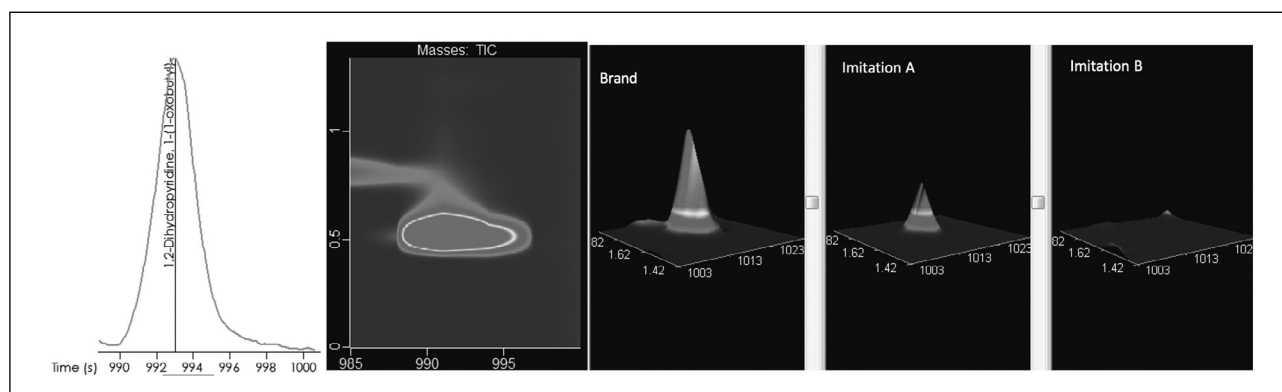
of information was gained with the GC-TOFMS data alone. Even greater insight was uncovered with each additional analytical capability. GC×GC offered better sample characterization and detection of more individual analytes with chromatographic separation for first dimension coelutions that exceed deconvolution capabilities. The addition of HR-TOFMS added more confidence in identifications and improved identifications of these separated analytes with accurate mass information. Specific examples are shown in Figure 2-5.



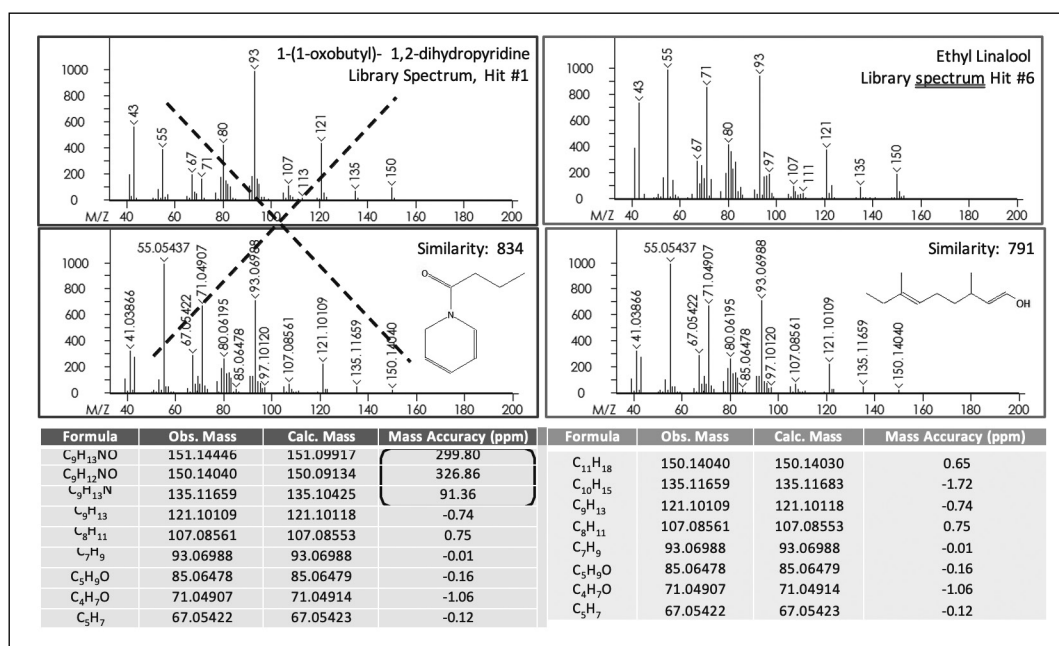
**Figure 2.** With GC-TOFMS, cinnamyl alcohol perfectly coeluted with one other analyte and only a single peak was determined. This coelution exceeded mathematical deconvolution capabilities and the MS spectrum for the single peak was the combination of both analytes (Figure 3). The improved separation with GC×GC led to the detection and identification of an additional analyte, undecanal. The differential expression between the brand and imitations, demonstrated in the GC×GC-HR-TOFMS data, shows that important information was hidden within the GC-TOFMS data.



**Figure 3.** Improved separation with GC×GC and accurate mass information with HR-TOFMS gave more confidence in the identification of both cinnamyl alcohol and undecanal. The GC-TOFMS cinnamyl alcohol spectrum contained  $m/z$  from the perfect coelution, undecanal. This led to a lower overall similarity score. GC×GC chromatographically separated these two analytes in the second dimension and provided individual peaks and spectra for each. This analytical capability added information for undecanal and improved the similarity for cinnamyl alcohol. The identification was further supported with formulae determinations from accurate mass data generated with HR-TOFMS.



**Figure 4.** A differentially expressed analyte was found and initially identified as 1-(1-oxobutyl)-1,2-dihydropyridine on all of the analytical platforms. The similarity scores were 801, 815, and 834 on the Pegasus HT, 4D, and GC-HRT 4D data, respectively.



**Figure 5.** The nominal mass fragments for the first library hit aligned very well with the observed data. This identification was precluded, however, by the accurate mass formula determinations.  $m/z$  151 and 150 had extremely poor mass accuracy values with the initial proposed formulae,  $C_9H_{13}NO$  and  $C_9H_{12}NO$ . A formula calculation determined that these masses were better explained by  $C_{11}H_{18}$  and its  $^{13}C$  isotope. This improved formula led to a different identification with a lower library similarity, but far better mass accuracy. The improved identification had different odor characteristics than the preliminary identification, providing a different and better interpretation of this difference between the samples. These identification candidates had retention index of 1231 and 1181, which were not different enough to definitively adjust identifications from retention time alone.

## Conclusion

This study demonstrates the benefits of LECO's analytical platforms for characterization and differentiation of perfume samples to see what you are missing. Three commercial perfume samples were analyzed with GC-TOFMS, GCxGC-TOFMS, and GCxGC-HR-TOFMS. The detection and identification of various esters, aromatic species, terpenes, oxygenated terpenes, and phthalates within the GC-TOFMS data provided information on the similarities and differences between the samples. The addition of GCxGC and HR-TOFMS analytical capabilities offered an even better understanding of the samples. A complementary separation dimension with GCxGC led to the detection of more analytes in the sample by chromatographically separating first dimension coelutions in the second dimension. Analytes with important odor properties were detected by GCxGC that were missed with the GC separation. The further addition of HR-TOFMS

gave improved confidence in the identifications of the separated analytes. Some initial library matches were confirmed with HR-TOFMS data and others, even with good similarity scores, were ruled out based on the poor mass accuracy with the proposed formulae. Better formulae and identifications were proposed using the accurate mass information leading to a greater understanding of the samples. These tools allow a user to confidently discover even more about their sample.



## APPLICATION NEWS NO. SCA-190-053

High Performance Liquid Chromatography

### LI ION BATTERY ELECTROLYTES BY COLUMN-SWITCHING ION CHROMATOGRAPHY

Vadim Kraft, Philipp Jochems, Brigitte Bollig, Robert Ludwig, Gesa J. Schad. Shimadzu Europa GmbH

#### User Benefits

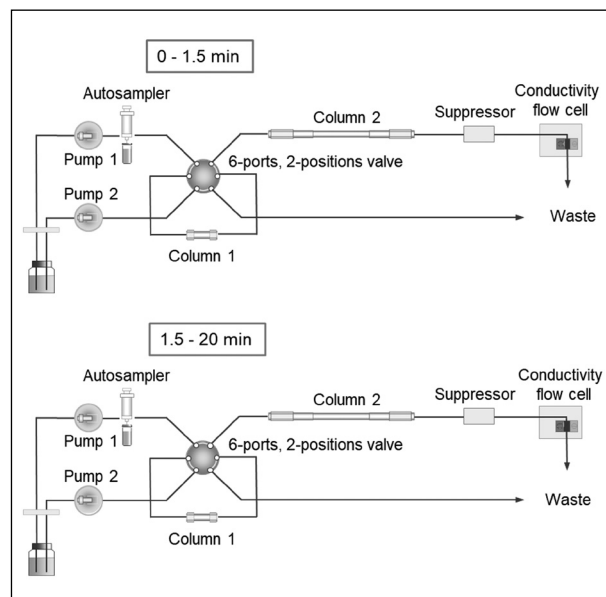
- Fast and sensitive analysis of fluoride and related anionic products in Li ion battery electrolytes.
- Organic modifiers in the eluent for elution of strongly retarded hexafluorophosphate not required.
- Analysis of hexafluorophosphate in simple electrolyte compositions possible.

#### Introduction

A composition of the conducting salt lithium hexafluorophosphate in a mixture of cyclic ethylene carbonate with different short-chain linear organic carbonates represents the essential electrolyte formulation for modern Li ion batteries (LIB).<sup>1</sup> The commercial success of the electrolyte was guaranteed by its well-balanced properties. However, its main disadvantage includes high chemical and thermal instability of  $\text{LiPF}_6$  in the electrolytes leading to formation of i.a. hydrofluoric acid and inorganic as well as organic phosphates.<sup>2,3</sup>

Ion chromatography (IC) is an important analytical method for analysis of ionic compounds and decomposition products in LIB to evaluate the electrolyte degradation.<sup>3</sup> However, the analysis time of anions can be unacceptable long<sup>4</sup> due to strong retention of highly polarizable  $\text{PF}_6^-$  requiring e.g., an additional gradient step with organic modifiers<sup>3</sup>.

Column-switching IC applied in this article and initially described in Application News No. L417 is a solution for fast analysis of fluoride and related ionic degradation products in  $\text{LiPF}_6$ -based LIB electrolytes. The isocratic elution used in this method has an advantage to significantly shorten the analysis time by avoiding the equilibration step normally necessary after the gradient step. The anions with relatively low retention are transported by eluent through a short column to the long analytical column, while  $\text{PF}_6^-$  is eluted after the switching from the short column to the waste (see Fig. 1).



**Figure 1.** Flow diagram (connection details of self-regenerating suppression not shown for better understanding).

#### Experimental

The ion chromatograph applied for this article was a modular Shimadzu LC system equipped with a system controller CBM-40, an eluent degasser DGU-405, two inert eluent delivery pumps LC-20Ai, an inert autosampler SIL-20Ai, a column oven CTO-40S and a conductivity detector CDD-10Avp with a suppressor ICDS-40A. The column switching was performed by an inert 6-ports, 2-positions valve FCV-12AHi controlled by Option Box VP. The control of the instrument and data processing were performed by Shimadzu LabSolutions chromatography data system software. The analytical conditions are shown in Table 1.

**Table 1.** Analytical conditions.

LC system	Modular Shimadzu HIC-ESP
Column 1	Shim-pack IC-SA2 (G) (10 mm × 4.6 mm I.D., 9 μm; P/N 228-38983-92)
Column 2	Shim-pack IC-SA2 (250 mm × 4.0 mm I.D., 9 μm; P/N 228-38983-91)
Column temperature	40 °C
Eluent	0.6 mmol/L sodium carbonate / 12 mmol/L sodium bicarbonate
Flow rate	1 mL/min (isocratic)
Injection volume	10 μL
Suppressor	ICDS-40A (P/N 228-74006-41)
Suppression	self-regenerating (180 mA)
Detection	Conductivity (43 °C cell temperature)
Switching time	1.5 min

## Materials

The ultrapure water (ASTM Type 1) for preparation of the eluent and dilution of standards was prepared by arium® pro water purification system from Sartorius. Sodium carbonate (≥ 99.8 %) and sodium bicarbonate (≥ 99.7 %) for preparation of the eluent were purchased from Sigma Aldrich and Honeywell Fluka, respectively. Ion Chromatography Standards (1000 mg/L) of fluoride and phosphate as well as sodium monofluorophosphate (95 %) for preparation of standard solutions were purchased from Sigma Aldrich. The salts of lithium difluorophosphate and lithium hexafluorophosphate used for preparation of standard solutions had battery grade purity.

The LIB electrolytes analysed in this work, commercial or self-made, contained 1 mol/L LiPF<sub>6</sub> dissolved in organic carbonates with battery grade quality. The composition of organic carbonates was based on cyclic ethylene carbonate mixed at different ratios (30/70 or 50/50, w/w) with following linear carbonates: dimethyl carbonate or ethyl methyl carbonate. The electrolytes contained no battery additives. The self-made electrolytes were prepared in a glove box.

## Standard and sample preparation

Standard solutions were prepared from commercial standards by dilution in pure water or from manually prepared solutions of dissolved salts in pure wa-

ter with concentration of 1000 mg/L of stock solutions.

For analysis on the analytical column 2: The electrolytes were diluted in a fume hood in a lab with ambient humidity with water 1/50 (v/v) by quick pipetting of 200 μL of electrolyte to a 15 mL graduated PP tube containing 8 mL pure water, immediate mixing and filling with water to 10 mL mark.

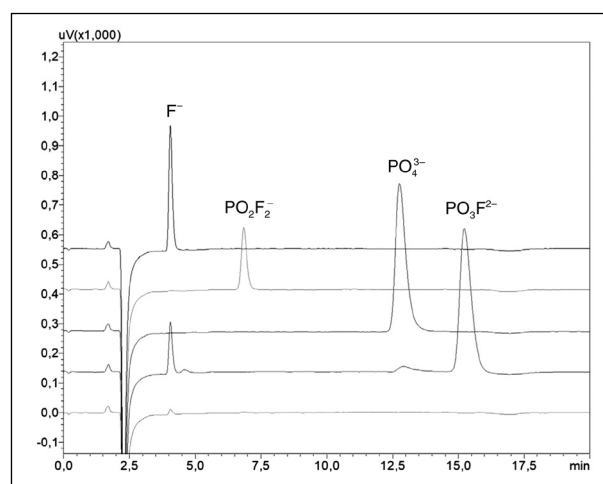
For analysis of PF<sub>6</sub><sup>-</sup> on the short column 1: The 1/50 diluted samples were diluted 1/20 with pure water.

The samples were placed in 1.5 mL polypropylene screw vials (P/N 961-10020-16) and closed with UltraClean PP screw caps (P/N 961-10030-25) before the injection to IC.

## Results and Discussion

### Separation in standard solutions and real samples

Figure 2 shows the analysis of standard solutions measured on the analytical column 2. All compounds elute within 17 min and are baseline separated. The small internal volume of the new Shimadzu electrolytic suppressor contributes to the clear separation of fluoride from the water injection peak.



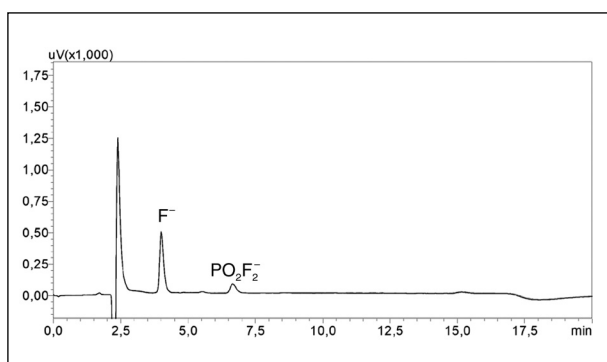
**Figure 2.** Chromatograms standard solutions of fluoride (0.5 mg/L, black trace), difluorophosphate (2 mg/L, pink trace), phosphate (10 mg/L, blue trace), monofluorophosphate (10 mg/L, brown trace) and hexafluorophosphate (50 mg/L, green trace) analysed on the analytical column 2.

All standard solutions from prepared salts and standards have no ionic contaminants or degradation



products with exception of sodium monofluorophosphate, which show fluoride and phosphate peaks. The standard solution of  $\text{PF}_6^-$  prepared at concentration 50 mg/L contains only insignificantly small peak of fluoride.

Figure 3 shows an overlay of chromatograms of six subsequent injections of a representative fresh electrolyte.



**Figure 3.** Overlay of chromatograms for six injections of a representative electrolyte sample.

The presence of small peaks of fluoride and difluorophosphate without any further inorganic phosphates is typical for non-decomposed and fresh electrolytes. Since the  $\text{LiPF}_6^-$  based LIB electrolytes are extremely sensible to traces of water, the electrolytes are normally prepared from chemicals with battery grade purity and under maximally possible exclusion of water like in special dry rooms or in glove boxes. However, the small impurities of water or degraded products can not be excluded. In addition, the degradation process during the sample preparation in a laboratory with ambient humidity and the first contact with water during dilution can also contribute to the content of fluoride and difluorophosphate.<sup>4</sup> Therefore, the quick handling during dilution of electrolytes in water is important. After dilution, the content of hexafluorophosphate remains stable within several days as investigated by Terborg et al.<sup>4</sup> The stability of content of fluoride and difluorophosphate in diluted samples was also confirmed in this article by six subsequent injections of the electrolyte sample as shown in Figure 3.

The positive peak at 2.5 min, assumedly caused by lithium ions, and the small deformation of the baseline at 17-19 min was characteristic for all analysed electrolytes.

### Precision and linearity

High precision of retention time and peak area was determined as summarised in Table 2.

**Table 2.** % RSD ( $n = 6$ ) of retention time and peak area.

Compound	% RSD, $t_r$	% RSD, area
Fluoride	0.069	1.2
Difluorophosphate	0.075	2.3

Standard solutions of fluoride and difluorophosphate were measured in the concentration range 0.2-20 mg/L injecting following five standard solutions: 0.2, 0.5, 2, 5 and 20 mg/L. High linearity was obtained with the coefficient of determination  $r^2 > 0.99985$  for fluoride and  $r^2 > 0.99999$  for difluorophosphate.

### Quantitation of compounds

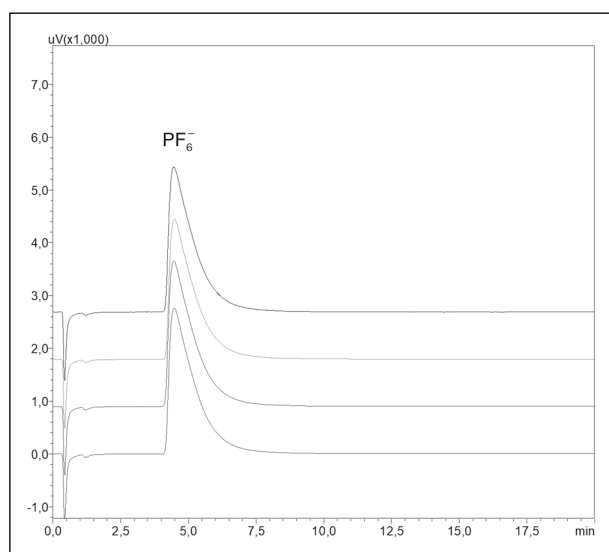
The content of analysed compounds in three different fresh electrolytes is summarised in Table 3. As expected, the concentration of fluoride in fresh electrolytes was generally low which confirms the results of the previous work.<sup>5</sup>

**Table 3.** Content of fluoride and difluorophosphate in electrolyte samples with related RSD ( $n = 3$ , individually prepared samples) as well as content of hexafluorophosphate in same samples.

Compound/Sample	EL 1	EL 2	EL 3
$\text{F}^-$ (mg/L)	35	53	66
$\text{F}^-$ (% RSD)	0.96	1.1	8.6
$\text{PO}_2\text{F}_2^-$ (mg/L)	0.72	0.92	0.86
$\text{PO}_2\text{F}_2^-$ (% RSD)	3.3	1.1	2.1
$\text{PF}_6^-$ (mol/L)	1.0	0.99	1.0

Furthermore, hexafluorophosphate was determined via single-calibration point after reconnection of the inlet capillary to the suppressor and conductivity cell on the switching valve to provide eluent flow from the column 1.\* Figure 4 shows analysis of electrolytes and a  $\text{PF}_6^-$  standard. The content of hexafluorophosphate was determined via single-point calibration at ca. 1 mol/L confirming the value in electrolytes as labelled or prepared.

\* Contact local Shimadzu organization for detailed information.



**Figure 4.** Analysis of three different electrolytes ( $\text{LiPF}_6$  1 mol/L diluted 1/1000 with water (v/v) (black, purple and blue traces) as well as 150 mg/L  $\text{PF}_6^-$  standard solution (brown trace) on the short column 1.

The column-switching ion chromatography method presented in this article provides fast and sensitive analysis of hydrolysis products of lithium hexafluorophosphate in Li ion battery electrolytes. The low content of fluoride and difluorophosphate indicates low decomposition degree of electrolytes, but it was slightly different for individually prepared dilutions of the same sample. Therefore, the individual dilution of multiple samples in combination with low number of re-injections would be preferable instead of multiple injections of only one prepared sample since the precision for peak area in at least as investigated fresh electrolytes is high and sample preparation

seems to be more important for the analysis of  $\text{LiPF}_6$ -based LIB electrolytes.

In addition, the determination of hexafluorophosphate in simple electrolyte formulations with single conducting salt can be performed after reconnection of the inlet tube to the suppressor and detection cell allowing suppressed conductivity of the eluent from the short column.

The ion chromatographic analysis of fluoride and related degradation products in LIB electrolytes complementary applied with other analytical techniques can be recommended for quality control of fresh electrolytes as well as for aged electrolytes.

## References

1. Winter, M., Barnett, B., & Xu, K. (2018). Before Li ion batteries. *Chemical Reviews*, 118(23), 11433-11456.
2. Xu, K., *Chemical Reviews*, 114 (23), 2014, 11503-11618.
3. Stenzel, Y. P., Horsthemke, F., Winter, M., & Nowak, S. (2019). Chromatographic Techniques in the Research Area of Lithium Ion Batteries: Current State-of-the-Art. *Separations*, 6(2), 26.
4. Terborg, L., Nowak, S., Passerini, S., Winter, M., Karst, U., Haddad, P. R., & Nesterenko, P. N. (2012). Ion chromatographic determination of hydrolysis products of hexafluorophosphate salts in aqueous solution. *Analytica Chimica Acta*, 714, 121-126.
5. Kraft, V., Jochems, P., Ludwig, L., Schad, G.J. (2019). Determination of Fluoride in  $\text{LiPF}_6$ -based Lithium Ion Battery Electrolytes by Column-Switching Ion Chromatography. HPLC 2019 Milan: 48th International Symposium on High-Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques, poster.

# EUROANALYSIS 2025



Barcelona, 31 AUGUST - 4 SEPTEMBER



## EVAPORADOR DE MUESTRAS SPEVAP – UCT

En algunas técnicas de **preparación de muestras**, como por ejemplo la **extracción en fase sólida** (EFS), a menudo es necesario evaporar disolventes para concentrar las muestras. Esta evaporación de disolventes y concentración de muestras debe hacerse protegiendo a los usuarios de los vapores emitidos. Además, cuando se trata con gran cantidad de muestras, esta evaporación puede resultar tediosa.

El **evaporador de disolventes SPEVAP de UCT** concentra de manera rápida, eficaz y segura cualquier tipo de muestras para su posterior análisis. Su diseño compacto permite su instalación hasta en laboratorios con espacio limitado.



Dispone de diferentes gradillas fácilmente intercambiables para permitir su uso con **viales para cromatografía y tubos** de diferentes dimensiones, desde 1,5 ml hasta 60 ml.

Desde una intuitiva y sencilla **pantalla táctil** es posible crear y guardar métodos de manera fácil, optimizando su uso y ofreciendo una mayor trazabilidad que otros métodos manuales. En la programación de métodos, es posible variar el gradiente de flujo en los tubos a medida que se produce la evaporación, garantizando el resultado deseado.

Además, el **evaporador de disolventes y concentrados de muestras SPEVAP** dispone de una ventana de visualización que permite ver el estado de los tubos mientras se lleva a cabo la evaporación. De manera opcional, la iluminación codificada por colores permite identificar la etapa individualizada de la operación.

### Principales características:

- No es necesaria campana extractora.
- Sistema de gradillas intercambiables.
- Gradientes de flujo de gas.
- Fabricado en PTFE resistente a ácidos.
- Puerto de drenaje del baño de agua.
- 32 o 48 posiciones dependiendo del rack y tamaño del vial.

### Aplicaciones habituales del concentrador de muestras SPEVAP

Los evaporadores de disolventes, como el SPEVAP de UCT, son esenciales en la preparación de muestras en laboratorio analítico, permitiendo la concentración de muestras y la reducción de volumen para mejorar la sensibilidad en técnicas como cromatografía GC-MS, HPLC, LC-MS/MS, espectrometría de masas y espectroscopia UV-Vis y FTIR.

Se utilizan en análisis de pesticidas, hidrocarburos, fármacos y contaminantes ambientales, así como en aplicaciones forenses, toxicológicas y farmacéuticas.

La evaporación de disolventes es clave para mejorar los límites de detección y garantizar resultados precisos en el laboratorio.

Más información aquí:



## NORMAS DE PUBLICACIÓN

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

### CTA CONSTA DE LAS SIGUIENTES SECCIONES:

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

### ARTÍCULOS CIENTÍFICOS

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

#### Normas generales de publicación

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

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

Los artículos pueden ser de los siguientes tipos:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

## NUEVAS TESIS DOCTORALES

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

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

## INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA - ARTÍCULOS DE INTERÉS

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

## NOTAS TÉCNICAS

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

## NOVEDADES TÉCNICAS

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

## PUBLICIDAD

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

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

## OTRAS SECCIONES

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

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

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

### **Dra. Ana Cristina Soria Monzón**

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

### **Dra. Ana Isabel Ruiz Matute**

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

### **Dr. Ángel de la Puerta García-Barroso**

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

### **Dr. Mario Fernández Martín**

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

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

Dra. Núria Fontanals Torroja  
Secretaria de SECyTA  
Dep. Química Analítica i Química Orgànica  
Universitat Rovira i Virgili  
Facultat de Química  
Marcel·lí Domingo, 1  
Edifici N4, Campus Sescelades  
43007 Tarragona  
e-mail: secretaria@secyta.es

Cuota anual: 30 EUROS

- Señale la casilla  correspondiente a la dirección en la que desea recibir la correspondencia.
- Puede efectuar el pago de la cuota del primer año mediante cheque bancario (adjuntándolo a esta solicitud) o mediante ingreso/transferencia a la Cuenta Corriente del Banco BBVA:  
**ES13 0182 4162 2702 0153 0059** (Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines)  
Debe figurar en el ingreso o transferencia: "ALTA SECYTA + nombre y primer apellido del Socio"
- ¿Autoriza a incluir su correo electrónico en la página Web de la SECyTA? (tache lo que NO proceda):  
SI NO
- ¿Autoriza a que aparezcan su nombre y dirección de contacto en el apartado "Nuevos socios" del Boletín? (tache lo que NO proceda):  
SI NO

**SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES**

**HOJA DE INSCRIPCIÓN**

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

DNI .....

Domicilio particular:

Calle ..... Núm. ....

Municipio ..... Provincia ..... Código postal .....

Teléfono ..... Correo electrónico .....

Industria u organización .....

Calle ..... Núm. ....

Municipio ..... Provincia ..... Código postal .....

Teléfono ..... Correo electrónico .....

**DATOS BANCARIOS**

Banco/Caja de Ahorros .....

Sucursal .....

Dirección ..... Ciudad .....

D. ....

Con domicilio en .....

Y con IBAN ES\_ \_ / \_ \_ \_ \_ / \_ \_ \_ \_ / \_ \_ \_ \_ / \_ \_ \_ \_ / \_ \_ \_ \_

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

Atentamente le saluda,

En ..... a ..... de ..... de 20

Firma:

# UN PASO ADELANTE EN EL ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO: DESCUBRA EL PEGASUS BTX

**LECO**  
EMPOWERING RESULTS

COMPACTO. PRECISO. TRANSFORMADOR.

*El Pegasus BTX de LECO redefine el estándar en GC-TOFMS, diseñado para resolver las matrices complejas más desafiantes y proporcionar resultados fidedignos en aplicaciones como metabolómica, aromas, seguridad alimentaria y análisis ambiental.*



## VENTAJAS DEL PEGASUS BTX:

- Adquisición de datos completa y sin compromisos: Resolución y sensibilidad inigualables gracias a la tecnología de alta velocidad TOFMS.
- Fuente de iones StayClean®: Menor mantenimiento, más tiempo de operación.
- Integración perfecta con GCxGC: Descubre más picos, mayor claridad en tus resultados.
- Diseño compacto: Maximiza el espacio en el laboratorio sin sacrificar rendimiento.

## PARA LOS CAMPOS QUE EXIGEN PRECISIÓN:

- Identifica y cuantifica compuestos críticos con confianza.
- Profundiza en análisis no dirigido con herramientas avanzadas.

Descubre cómo el Pegasus BTX está transformando el análisis cromatográfico

Escanear el código QR



+34 918031250



INFO\_ES@LECO.COM



LECO.COM/PRODUCTS/PEGASUS-BTX

**LECO**  
EMPOWERING RESULTS

