La Química Analítica se ha consolidado progresivamente como una disciplina esencial en la ciencia moderna, impulsada por la constante necesidad de desarrollar estrategias fiables, rápidas y sostenibles para generar nuevo conocimiento y resolver problemas científicos, técnicos y sociales. En los últimos años, esta disciplina ha experimentado una profunda transformación, evolucionando hacia enfoques que combinan la miniaturización, la monitorización en tiempo real y el uso de herramientas computacionales avanzadas capaces de procesar datos cada vez más complejos. La incorporación de técnicas instrumentales de alta resolución y técnicas híbridas ha ampliado los límites de la sensibilidad y la selectividad, mientras que la aplicación de los principios de la Química Analítica Verde (GAC) garantiza que la innovación se desarrolle en consonancia con los objetivos de eficiencia y sostenibilidad. Esta evolución no solo fortalece la capacidad analítica en el ámbito académico y profesional, sino que también amplifica su impacto en sectores clave como la industria, la salud pública y la protección del medio ambiente.

En el contexto de los objetivos mencionados anteriormente, asociados con la Química Analítica moderna, esta Tesis Doctoral se centra en el desarrollo de estrategias innovadoras mediante Cromatografía Electrocinética (EKC) y Cromatografía Líquida de Ultra-Alta Presión (UHPLC), combinadas con técnicas miniaturizadas de preparación de muestras, cuando ha sido necesario, para abordar problemas analíticos en los campos farmacéutico, medioambiental y de la seguridad alimentaria. El gran potencial de las técnicas de separación miniaturizadas, como la EKC y la UHPLC a pequeña escala, se combina en esta Tesis Doctoral con la implementación de técnicas avanzadas de microextracción para la preparación de muestras, con el fin de desarrollar metodologías eficientes y sostenibles que respeten los principios de la GAC.

Por un lado, el análisis quiral constituye uno de los principales retos de la Química Analítica. La determinación individual de enantiómeros en los campos farmacéutico, biomédico, agroquímico y medioambiental presenta un creciente interés debido a las diferentes propiedades fisicoquímicas, biológicas y toxicológicas que cada enantiómero puede presentar en entornos quirales. Los sistemas quirales naturales en organismos vivos (como enzimas, receptores o proteínas de transporte) interactúan de forma diferente con los estereoisómeros de una molécula quiral, lo que a menudo da lugar a diferentes efectos farmacológicos, vías metabólicas o perfiles ecotoxicológicos. Por lo tanto, el diseño de estrategias enantioselectivas avanzadas y respetuosas con el medioambiente sigue siendo una tarea crucial en la investigación analítica actual. En esta Tesis Doctoral, se ha llevado a cabo la separación estereoselectiva de fármacos y pesticidas mediante EKC utilizando ciclodextrinas (CDs) como

selectores quirales en sistemas simples o duales, o combinando una CD con aditivos verdes, como líquidos iónicos (ILs) o disolventes eutécticos profundos (DES). Se han demostrado aplicaciones relevantes de las estrategias desarrolladas, como el control de calidad de formulaciones farmacéuticas o agroquímicas comerciales, la determinación de fármacos en muestras biológicas, la separación enantiomérica simultánea de pesticidas y sus principales metabolitos, el estudio de la degradación de pesticidas o su determinación en muestras ambientales, y la evaluación de la ecotoxicidad de fármacos y pesticidas en microorganismos acuáticos. Asimismo, se ha implementado una microextracción en Fase Sólida (μSPEed) cuando ha sido necesario para aumentar la sensibilidad de las metodologías de EKC desarrolladas. Por otro lado, la determinación de contaminantes en muestras ambientales o sustancias presentes en materiales en contacto con alimentos (FCMs) es un tema muy relevante que plantea problemas analíticos que requieren solución debido a su impacto en la salud humana y el medioambiente. Debido a los bajos niveles de concentración de contaminantes o sustancias químicas migratorias presentes en muestras ambientales o en FCMs, respectivamente, es fundamental la implementación de estrategias de preparación de muestra avanzadas, miniaturizadas y respetuosas con el medioambiente, combinadas con técnicas de separación potentes como la UHPLC. En esta Tesis Doctoral se han empleado las técnicas de microextracción μSPEed y μQuEChERS (micro-Rápida, Fácil, Barata, Efectiva, Robusto, and Segura) para la determinación de pesticidas y μSPEed para la determinación de antibióticos veterinarios en muestras ambientales mediante UHPLC con detección UV-DAD, y los disolventes supramoleculares (SUPRAS) como herramientas muy potentes para la preparación de muestra previa a la determinación de sustancias presentes en FCMs mediante UHPLC acoplada a Espectrometría de Masas de Alta Resolución (HRMS).