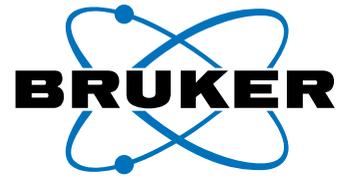


CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

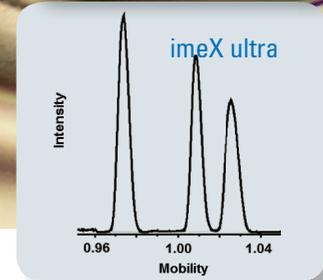
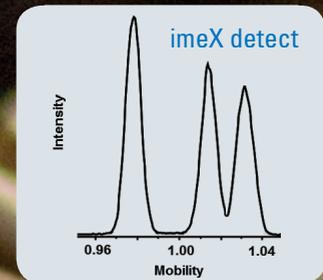
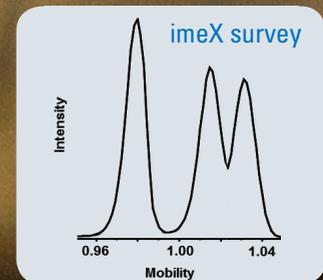
BOLETÍN DE LA SECYTA
VOLUMEN 38 NÚM. 2 (2017)
38
WWW.SECYTA.ORG



Bruker timsTOF™

Flexibilidad para realizar sus ideas

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



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

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

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

Para más información, visite www.timstof.com

TIMS-QTOF MS

Innovation with Integrity

Solo para investigación. No para uso diagnóstico.

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, enero 2018 Vol. 38, núm. 2

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

50	EDITORIAL
	ARTÍCULO
51	Cromatografía de líquidos de interacción hidrofílica para aplicaciones ambientales <i>Daniela Salas, Francesc Borrull, Núria Fontanals, Rosa Maria Marcé</i>
	NOTICIAS DE LA SECyTA
62	XVII Reunión Científica de la SECyTA (46ª Reunión Científica del GCTA)
64	XIII Edición de los Premios “José Antonio García Domínguez”
68	17ª Asamblea General de la SECyTA
75	Nuevos socios
76	Homenaje a socios
78	In Memoriam: Luis Esteban, Guillermo Ramis Ramos y Lluís Eek.
	INFORMACIONES
81	Congresos celebrados
87	Calendario de actividades
88	Nuevas Tesis Doctorales
	DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS
90	Notas técnicas
99	Novedades técnicas

Redacción: María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)
Ana Cristina Soria Monzón (acsoria@iqog.csic.es)
Mario Fernández (mario@iqog.csic.es)
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91-562 29 00
Fco. Javier Moreno (javier.moreno@csic.es)
Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC-UAM)
Nicolás Cabrera 8, 28049 Madrid. Tel. 91-0017900

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

Colaboradores: Belén Gómara

Depósito legal: M-1902-1975

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

Diseño de portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

Queridos socios de la SECyTA,

Como ya sabéis, el pasado mes de octubre se celebraron en Barcelona las 15^{as} Jornadas de Análisis Instrumental coincidiendo con la XVII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (46^a Reunión del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines, GCTA) dentro del marco de Expoquimia. En esta edición, la organización de las Jornadas recayó nuevamente en nuestra Sociedad con la ayuda y colaboración de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM), la Sociedad de Espectroscopia Aplicada (SEA) y la Sociedad Española de Proteómica (SEProt), a quienes quiero agradecer su inestimable colaboración. Las Jornadas fueron un éxito científico y de organización y, por ello, quería expresar mi más sincero agradecimiento a los asistentes y a todos los que participaron directa o indirectamente en la organización de las Jornadas, ya que sin su trabajo y compromiso no hubiera sido posible celebrar esta reunión. El programa científico, desarrollado a lo largo de tres días de congreso, contó con un total de 140 comunicaciones científicas, 33 de ellas presentadas como orales, 8 conferencias y más de 100 carteles, 12 de los cuales se seleccionaron para su presentación en formato corto o flash. Además, contamos con la asistencia de conferenciantes de elevado prestigio internacional que nos presentaron los últimos avances en la determinación de contaminantes en alimentos (Dr. Bruno Le Bizec), el destino ambiental y el comportamiento de los retardantes de llama halogenados (Dr. Stuart Harrad), la aplicación de la cromatografía de líquidos ultra-rápida y de alta eficacia en la separación de mezclas complejas (Dr. Daniel W. Armstrong), el desarrollo y aplicación de nuevos métodos LC y CE para la caracterización de proteínas (Dr. Govert Somsen), el papel de las nuevas técnicas de extracción en el análisis medioambiental (Dra. Rosa María Marcé), las novedosas aplicaciones de la espectrometría de masas de descarga luminiscente en el estudio de la composición química de superficies (Dr. Jorge Pisonero), los recientes avances en el control antidopaje (Dra. Rosa Ventura) y la aplicación de la peptidómica en la detección de enfermedades (Dr. Felix Elortza). Como en ediciones anteriores, seguimos apostando por los jóvenes investigadores, dedicando sesiones específicas dentro del programa científico para la presentación de sus trabajos, y concediendo becas de inscripción y ayudas de viaje para facilitar su asistencia a este congreso.

Respecto a la participación, debo confesar que seguimos observando una progresiva y preocupante disminución en el número de asistentes respecto a ediciones anteriores de las JAI. Es cierto que la celebración cada tres años de una reunión conjunta entre sociedades con finalidades diferentes, pero con inquietudes comunes, como es el análisis instrumental y la química analítica, aporta un valor añadido y enriquecedor a todos los asistentes y proporciona un marco ideal para el intercambio de conocimientos y experiencias. Sin embargo, aunque podemos encontrar diferentes causas que puedan justificar esta disminución, como es la difícil situación económica que atravesamos o el complicado clima político que vivimos, sería un error no considerar otras posibles razones, como el menor interés que suscita Expoquimia, el carácter generalista de la reunión o simplemente el formato actual de las JAI. Por ello, es necesario abrir un periodo de reflexión para que entre todos podamos buscar soluciones que permitan cambiar esta tendencia y aseguren su futura continuidad.

Durante las 15^a JAI se celebró la 17^a Asamblea General de la SECyTA en donde tuvieron lugar las elecciones para la renovación parcial de la Junta de Gobierno. En primer lugar, quería dar la bienvenida a los nuevos miembros de la Junta, la Dra. Núria Fontanals y el Dr. José Antonio González, y, en segundo lugar, agradecer a los miembros salientes, la Dra. María José González y la Dra. Yolanda Picó, el inestimable trabajo y dedicación a la SECyTA y su compromiso durante todos estos años en los que han formado parte de la Junta. Como es tradicional, durante la celebración de la cena de gala de las JAI se procedió a la entrega de las medallas a los miembros de la SECyTA que han tenido un papel relevante en el desarrollo de las técnicas de separación. En esta ocasión, la SECyTA ha querido rendir homenaje a la Dra. María José González Carlos y al Sr. Joan Solé Ribalta, por su valiosa contribución al uso y el desarrollo de las técnicas cromatográficas en España. No querría finalizar esta editorial sin recordar las figuras del Dr. Guillermo Ramis, miembro muy querido de nuestra Sociedad, y el Dr. Lluís Eek y el Sr. Luis Esteban, socios de honor de la SECyTA, que nos dejaron este mismo año. Desde aquí quería transmitir en nombre de la SECyTA nuestras más sinceras condolencias y apoyo a las familias por estas inestimables pérdidas.

Por último, me gustaría animaros a participar en la XVIII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (47^a Reunión del GCTA) que se celebrará en Granada el próximo año y que será organizada por la Dra. Ana María García Campaña. Os esperamos a todos en Granada.

Francisco Javier Santos Vicente
Presidente de la SECyTA

ARTÍCULO

Cromatografía de líquidos de interacción hidrofílica para aplicaciones ambientales

Daniela Salas, Francesc Borrull, Núria Fontanals, Rosa Maria Marcé

Grupo de Cromatografía y Aplicaciones Medioambientales, Universitat Rovira i Virgili

Marcel·lí Domingo, s/n, 43007, Tarragona, Spain. Teléfono: (+34) 977 55 81 70

RESUMEN

Para compuestos polares con baja retención en materiales convencionales de tipo fase inversa, la cromatografía de líquidos de interacción hidrofílica (HILIC del inglés *hydrophilic interaction liquid chromatography*) ha supuesto una alternativa valiosa por su mayor retención, promovida por fases con carácter polar. En este artículo se discuten los aspectos más importantes de este nuevo modo cromatográfico, incluyendo los mecanismos de retención involucrados, y las características de las fases estacionarias y móviles utilizadas, destacando estudios enfocados a aplicaciones ambientales. Es un hecho conocido que HILIC opera bajo un mecanismo de retención complejo y multimodal, donde diferentes interacciones tales como reparto hidrofílico, adsorción o intercambio iónico, pueden jugar papeles importantes durante la separación. Las características de las fases polares usadas en HILIC son, en parte, las principales responsables de este fenómeno. Las condiciones de la fase móvil también pueden favorecer o interrumpir ciertas interacciones, afectando la retención de los analitos. Por ello, la selección de los parámetros cromatográficos en HILIC puede ser más crítica que en otros modos. En los últimos años se ha demostrado que HILIC es una alternativa prometedora para el análisis de fármacos, drogas de abuso, toxinas, entre otros, en muestras de aguas ambientales u organismos acuáticos.

1. INTRODUCCIÓN

La cromatografía de líquidos (LC) de interacción hidrofílica, también conocida como HILIC, es un modo cromatográfico que, durante la última década, ha ido ganando interés como alternativa prometedora al modo convencional de fase inversa (RPLC del inglés *reversed-phase liquid chromatography*), para la determinación de compuestos polares. El desarrollo de HILIC surgió a partir de la necesidad de resolver los problemas de separación y retención de compuestos polares, frecuentemente observados en las columnas C₁₈ o C₈ normalmente usadas en RPLC. Algunos compuestos con estas propiedades no sólo pueden ser difíciles de separar, sino que en ocasiones eluyen muy cerca del volumen muerto. Esta falta de

retención conlleva al uso de altos porcentajes de agua en la fase móvil, algo que puede ser problemático cuando el sistema cromatográfico está acoplado a espectrometría de masas (MS), porque los procesos de ionización y desolvatación pueden verse afectados. Además, otro problema asociado con los cortos tiempos de retención, es que todos los compuestos poco retenidos por la fase estacionaria también tienden a eluir juntos cerca del volumen muerto, pudiéndose entonces agravar el efecto matriz (ME) en el análisis de muestras complejas [1].

Hasta ahora, HILIC ha demostrado promover mayor retención y mejor separación para varios compuestos polares. Este modo cromatográfico utiliza una fase estacionaria polar, como es el caso del modo de fase normal (NPLC del inglés *normal phase liquid chromatography*), pero la fase móvil es una mezcla de agua y solventes orgánicos miscibles con agua, tal como es el caso de RPLC. La fase estacionaria es relativamente más polar que la fase móvil, por lo cual el componente acuoso es utilizado como el solvente con mayor fuerza de elución [2]. El primer autor en emplear el término HILIC para esta modalidad cromatográfica fue A. J. Alpert [3] en su estudio de 1990, que describe la separación de péptidos, aminoácidos y oligonucleótidos. Anteriormente, varios trabajos ya habían descrito separaciones con condiciones HILIC, pero la mejora de las separaciones observadas por Alpert y su discusión de los mecanismos de retención involucrados, sentaron las bases para que HILIC fuese considerado un modo cromatográfico alternativo muy prometedor [3, 4]. Entre las observaciones hechas por Alpert, resalta el incremento de retención a altos porcentajes de solvente orgánico, una selectividad diferente a RPLC y un comportamiento de retención que podía explicarse por la presencia de una capa de agua inmovilizada sobre la fase estacionaria. Así, los analitos sufren reparto hidrofílico entre esta capa y la fase móvil, que sería en su mayoría solvente orgánico [3], como se ilustra en la Figura 1. Desde este estudio, muchos trabajos se han enfocado en investigar los mecanismos de retención que intervienen en separaciones HILIC, y se han hecho bastantes progresos en este sentido. D. McCalley es uno de los autores que han hecho más contribuciones en este aspecto [4]. Resaltan especialmente algunos estudios [5-

8] que han demostrado experimentalmente la presencia de la capa de agua, formada sobre la superficie de diferentes fases estacionarias, sus características y el efecto de diferentes parámetros cromatográficos sobre la misma. Recientemente, Y. Guo [9] ha publicado un artículo de revisión acerca de los avances hechos hasta la fecha relacionados con las interacciones presentes en HILIC. A continuación, se resaltan los aspectos más importantes de los mecanismos de retención de este modo de LC.

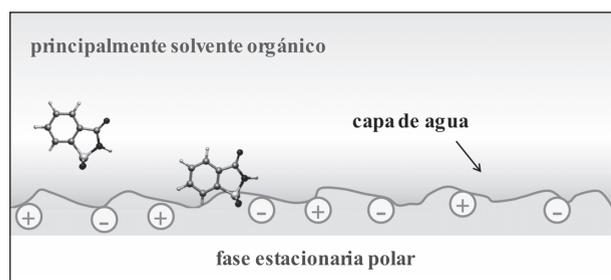


Figura 1. Representación de la capa de agua formada sobre la fase HILIC.

2 MECANISMOS DE RETENCIÓN EN HILIC

Varios experimentos pueden dar mucha información acerca de las interacciones involucradas en separaciones HILIC. Por ejemplo, investigar la relación entre el factor de retención k de los analitos en función del coeficiente de reparto $\log D$, puede ayudar a discernir si la hidrofilia de los compuestos es responsable directo de la retención. Coeficientes de determinación (R^2) cercanos a uno para estas gráficas suelen indicar predominancia de reparto hidrofílico [10]. Otro estudio que puede dar información importante consiste en la aplicación de modelos de retención desarrollados para RPLC y NPLC a HILIC, para determinar la contribución de reparto o adsorción para una separación específica [4, 9]. En teoría, RPLC opera fundamentalmente a través de un mecanismo de reparto, de manera que el factor de retención de los analitos k se correlaciona con la fracción en volumen ϕ del solvente con mayor fuerza elutropica (solvente orgánico en el caso de RPLC, agua en el caso de HILIC), siguiendo la siguiente ecuación:

$$\log k = \log k_w - S\phi$$

donde k_w es el factor de retención k cuando la fase móvil contiene sólo el solvente débil (agua en el caso de RPLC, solvente orgánico en el caso de HILIC). Cuando los datos de retención obtenidos para una separación en condiciones HILIC son ajustados a esta ecuación, construyendo una gráfica de k versus ϕ_{agua} , se debería obtener una línea

recta ($R^2 \sim 1$) si el mecanismo de retención predominante es el reparto hidrofílico [2].

En separaciones NPLC, se entiende que las interacciones involucradas están basadas únicamente en adsorción, descritas por la siguiente ecuación:

$$\log k = \log k_B - n \log X_B$$

donde k_B es el factor de retención k cuando la fase móvil contiene sólo el solvente fuerte (agua en el caso de HILIC), n es el número de moléculas de solvente B desplazadas por el analito, y X_B es la fracción molar de B en la fase móvil. Entonces, gráficas de k versus X_{agua} , construidas a partir de separaciones HILIC, deberían ser lineales si la adsorción es el mecanismo predominante durante la separación [4]. En varios artículos de revisión [2, 9, 11], se recopilan numerosos trabajos que han estudiado la contribución de reparto y adsorción para diferentes sistemas HILIC. En muchos de estos casos, se ha observado que HILIC opera mayoritariamente bajo un sistema de retención multimodal, donde reparto hidrofílico y adsorción pueden estar presentes al mismo tiempo, e incluso otras interacciones tales como intercambio iónico, puentes de hidrógeno, fuerzas de Van der Waals o interacciones hidrofóbicas. En la Figura 2, se muestra una representación de las interacciones más importantes que pueden estar presentes en HILIC.

La investigación de la relación de la retención k en función de la temperatura, también puede dar información acerca de si la separación transcurre bajo una interacción predominante o un sistema donde varios mecanismos están presentes. Para ello, se construyen gráficas de $\ln k$ versus $1/T$, basadas en la ecuación Van't Hoff:

$$\ln k = -\frac{\Delta H^\circ}{RT} + \frac{\Delta S^\circ}{R} + \ln \phi$$

donde ΔH° y ΔS° son los cambios en entalpía y entropía del proceso químico de transferir el soluto desde la fase móvil a la fase estacionaria, R es la constante de los gases y ϕ es la relación de fases V_s/V_m [12]. La presencia de curvaturas en gráficas Van't Hoff son indicación de la presencia de múltiples interacciones o de un cambio en el mecanismo de retención predominante [13, 14].

Unas de las interacciones más relevantes que pueden actuar junto a reparto y adsorción, son las interacciones iónicas. Éstas están sólo presentes si la fase estacionaria y los analitos tienen grupos funcionales ionizables. Una forma de evaluar si existe la presencia de interacciones

iónicas es observar que tipo de analitos se retienen más o menos en una fase estacionaria particular. Por ejemplo, en una fase de sílice sin modificar, frecuentemente utilizada en HILIC (vea Sección 3.1), aquellos compuestos con propiedades básicas experimentarán mayor retención que compuestos ácidos o neutros, si las condiciones cromatográficas favorecen la interacción iónica de los analitos con los grupos silanoles desprotonados cargados negativamente. En este contexto, cambios en pH en la fase móvil pueden afectar estas interacciones iónicas, hecho que sería una evidencia de su presencia. Para el ejemplo anterior, la retención de los compuestos básicos debería disminuir si se disminuye el pH, porque en estas condiciones el número de grupos silanoles desprotonados disminuye.

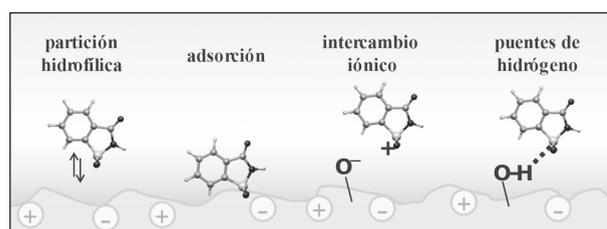


Figura 2. Representación de la capa de agua formada sobre la fase HILIC.

Se puede obtener información adicional acerca de la contribución de interacciones iónicas, construyendo gráficas de la retención k en función de $1/M^+$, donde M^+ representa los contraiones presentes en la fase móvil (concentración de un buffer). Esta metodología, propuesta por D. McCalley [15], se basa en gráficas lineales que pasan por el origen cuando no hay otros mecanismos de retención presentes aparte de intercambio iónico. La mayoría de las gráficas obtenidas de esta forma en diferentes estudios, suelen mostrar curvaturas, indicando que las interacciones iónicas están siempre presentes junto con otros mecanismos. Sin embargo, estos estudios son a menudo muy útiles para determinar el porcentaje de contribución de dichas interacciones iónicas, especialmente al comparar diferentes tipos de fases estacionarias [4, 9, 15].

Metodologías basadas en métodos quimiométricos también han sido ampliamente usadas para ahondar en los mecanismos de HILIC [9]. En general, han contribuido para clasificar diferentes fases estacionarias de acuerdo al tipo de interacciones que éstas promueven, a través de sus similitudes en cuanto a retención de compuestos modelo [16-18]. Éstas y las metodologías descritas anteriormente, tienen como objetivo principal a largo plazo, predecir los tiempos de retención y la selectividad de un

grupo de analitos particulares, en la fase estacionaria seleccionada. Sin embargo, como se puede apreciar en la discusión anterior, los mecanismos presentes en HILIC son complejos, por lo cual la separación HILIC de un grupo de compuestos ha de ser optimizada cuidadosamente, variando los diferentes parámetros de la fase móvil, y seleccionando la fase estacionaria dentro de las posibilidades establecidas.

3. OPTIMIZACIÓN DE LOS PARÁMETROS CROMATOGRÁFICOS EN HILIC

Al igual que para otros tipos de cromatografía, los parámetros que pueden optimizarse incluyen: fase estacionaria, condiciones de la fase móvil (solventes, pH, concentración de sal), temperatura y flujo de la fase móvil. En el caso de la temperatura y el flujo, los valores óptimos se deben elegir de acuerdo a las dimensiones de la columna, forma de los picos, cambios en la selectividad y evitando la coelución de compuestos, similar a otros modos cromatográficos. Pero en HILIC, a diferencia de RPLC por ejemplo, la selección de la fase estacionaria y las condiciones de la fase móvil influye más sobre la retención de los analitos. A continuación, se presentarán los aspectos más importantes a considerar cuando se desarrolla un método de HILIC. También se discutirán las condiciones frecuentemente utilizadas para aplicaciones ambientales.

3.1. Fase estacionaria

Tal como se ha mencionado, la fase estacionaria en HILIC tiene carácter polar, siendo relativamente menos polar que la fase móvil. En los inicios de este modo cromatográfico, las fases que se utilizaban eran las mismas empleadas para NPLC, incluyendo sílice sin modificar, y fases con base de sílice o poliméricas substituidas con grupos polares tales como aminopropil, amida, ciano, diol, entre otros. Desde entonces, con el creciente interés en HILIC, se han desarrollado nuevas fases especializadas para esta modalidad, incluyendo versiones comerciales para HILIC de las mencionadas anteriormente, o fases con nuevas tecnologías desarrolladas en diferentes grupos de investigación [2, 19, 20].

Varios artículos de revisión se han enfocado en describir las diferentes fases estacionarias utilizadas en HILIC. P. Jandera es autor de al menos tres ellos [2, 21, 22], publicados en años diferentes y cubriendo los avances hasta la fecha. Antes del primer artículo de revisión de P. Jandera, en 2006, P. Hemström y K. Irgum [1] ya habían publicado una revisión bastante extensa de diferentes aspectos de HILIC, entre ellos las fases estacionarias más

utilizadas. En el 2011, Y. Guo y S. Gaiki [19] clasificaron las fases HILIC en neutras, cargadas y zwitteriónicas, y discutieron sus diferentes comportamientos en retención y selectividad. B. Buszewski y S. Noga [11] también dedicaron parte de su discusión a las fases más frecuentemente utilizadas. Recientemente, L. Z. Qiao *et al.* [20] actualizaron los avances hechos en el desarrollo de fases para HILIC.

En general, los distintos tipos de fases HILIC incluyen sílice sin modificar, fases modificadas con grupos polares neutros, de intercambio iónico o zwitteriónicas. En la Tabla 1 se detallan algunas de las fases HILIC usadas clasificadas en estas categorías, incluyendo observaciones importantes de cada una de ellas. Las columnas de sílice sin modificar son probablemente las fases más utilizadas en HILIC. Las diferentes fases basadas en geles de sílice pueden variar en pureza y cantidad de grupos silanoles, dependiendo de su preparación [21]. Estas fases, aparte de promover reparto hidrofílico y adsorción, también pueden contribuir con intercambio catiónico a través de los grupos silanoles desprotonados, cuya población incrementará a mayor pH. Cabe destacar que aquellas fases basadas en sílice que han sido modificadas con grupos funcionales, también pueden promover intercambio catiónico a ciertos valores de pH, gracias a la presencia de grupos silanoles libres [19].

De las fases que contienen grupos funcionales, son muy utilizadas aquellas modificadas con grupos amida y zwitteriónicos. Estas fases son bastante polares, absorben gran cantidad de agua y tienen grupos funcionales cuyas interacciones iónicas son limitadas, lo que las hace apropiadas para promover reparto hidrofílico [2]. Otras fases con grupos más especializados (ej. macromoléculas), detalladas en la Tabla 1, han sido aplicadas principalmente para analitos de interés biológico, tales como carbohidratos, sacáridos, péptidos, etc. [1].

Aparte de fases basadas en sílice, son también utilizadas para separaciones HILIC las fases basadas en polímeros. Se pueden encontrar diferentes fases poliméricas modificadas con los grupos funcionales mencionados en la Tabla 1, sin embargo, lo más común es que estén modificadas con grupos de intercambio iónico o zwitteriónicos [2]. Existen diferentes estrategias para la preparación de estas fases, que incluyen la copolimerización de monómeros que contengan los grupos deseados, o la inclusión de los mismos en reacciones de post-polimerización. La cantidad de monómeros con diferentes propiedades y los diferentes métodos de polimerización, hacen que diferentes grupos de investigación propongan diferentes fases para ser aplicadas en HILIC. La fase zwitteriónica mayormente usada hasta la fecha es la ZIC-HILIC (Merck), y ésta tiene versiones basadas en sílice y en polímero. Fases monolíticas, tanto de sílice como polimé-

Tabla 1. Fases estacionarias más utilizadas en HILIC.

Tipo	Funcionalización	Observaciones importantes
Sílice sin modificar	Tipo A	Preparada a partir de la precipitación de soluciones de silicatos. Con propiedades ácidas, debido a contaminación por metales.
	Tipo B	Partículas esféricas formadas por la agregación de hidrosol de sílice. Purificada, y por tanto menos ácida que el tipo A.
	Tipo C	Contiene principalmente grupos Si-H y bajo porcentaje de grupos silanoles.
Polares neutras	Ciano	Baja polaridad, por lo tanto, poco utilizada.
	Diol	2,3-dihidroxipropil. Promueve puentes de hidrógeno.
	Amida	Muy utilizada.
	Ciclodextrano Polietilenglicol	Propiedades quirales.
	Alquilos con grupos amida o carbamato embebidos	También usadas en RPLC.
	Pentafluorofenil	También usada en RPLC.
	Poli(2-hidroxietil aspartamida)	
	Poli(succinimida)	
	Poliacrilamida	
	Diol entrecruzada	Muy utilizada.
	Polivinilalcohol	
Grupos azúcares		
Intercambio iónico	Aminopropil	Inicialmente muy utilizadas. Presentan problemas de retención excesiva de cationes, sangrado y largos tiempos de equilibración.
	Grupos sulfónicos	
	Poli(2-sulfoetil)aspartamida	
	Grupos carboxílicos	
	Modo mixto	Funcionalidad HILIC e intercambio iónico en la misma fase.
	Imidazol	
	Triazol	
	Poli(ácido aspartico)	
Aminas terciarias o secundarias		
Zwitteriónica	Sulfoalquilbetaina	Muy utilizada.
	Fosfocolina	

cas, también han sido utilizadas en separaciones HILIC, en las que se han obtenido resultados satisfactorios para diferentes analitos polares [20, 22].

Como puede apreciarse de lo anterior, existen numerosas fases estacionarias con diferentes propiedades morfológicas y químicas, que pueden utilizarse para aplicaciones HILIC. Es normal que fases desarrolladas en el laboratorio, o aquellas fabricadas por casas comerciales poco conocidas, tengan menor número de aplicaciones publicadas. De forma similar, aquellas fases comerciales de casas reconocidas que se han utilizado exitosamente, suelen tomarse como referencia para futuros trabajos. De todas maneras, en principio, cualquier fase estacionaria con propiedades polares es una opción a tener en cuenta para separaciones HILIC, y su éxito dependerá de la calidad del material y de las interacciones que promuevan en relación con los analitos en cuestión.

En aplicaciones ambientales, las fases estacionarias más utilizadas son de sílice sin modificar, zwitteriónica, amida y diol entrecruzada. En la Figura 3 se muestran las estructuras de estas fases.

De las fases de sílice sin modificar, las marcas comerciales más utilizadas son Atlantis HILIC (Waters) y Kinetex HILIC (Phenomenex). En la Figura 3 se muestran las marcas más utilizadas para las otras fases.

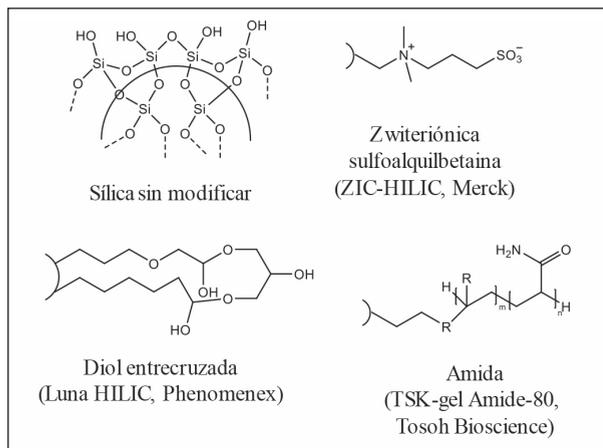


Figura 3. Estructura de las fases estacionarias más usadas en aplicaciones ambientales.

La selección de una fase estacionaria adecuada para cierta separación HILIC, no suele ser tan evidente como en RPLC, donde fases de C₁₈ o C₈ son normalmente capaces de separar un amplio espectro de compuestos. En una fase con carácter polar, ciertos compuestos polares pueden mostrar poca retención al igual que en RPLC, si la fase en cuestión tiene grandes diferencias en polaridad

respecto a los analitos o no promueve las interacciones necesarias para retener a los compuestos. En varios estudios ambientales, se han comparado varios tipos de fases HILIC para el grupo de analitos de interés durante la optimización del método [23-25]. Aquellas que han mostrado mayor retención, picos completamente resueltos y buena forma de pico, fueron elegidas como las fases más adecuadas.

La comparación entre fases HILIC con fases RPLC también es frecuente en estudios ambientales, con la idea de explorar las ventajas de esta nueva modalidad sobre la tradicional RPLC, en cuanto a retención y selectividad [23, 24, 26-29]. En muchos de los casos, los compuestos polares se retuvieron más en las fases HILIC que en las fases RPLC. En este sentido, HILIC ha mostrado claras ventajas en la separación de contaminantes tales como fármacos [30], antibióticos [31] o drogas de abuso [23], entre otros.

Otra ventaja importante de HILIC, aparte de su mayor retención por compuestos polares, es que frecuentemente presenta una selectividad alternativa a RPLC. Gracias a ello, HILIC puede ser usada complementaria a RPLC. Existen varios estudios ambientales que inyectaron la misma muestra en dos métodos separados diferentes, RPLC e HILIC, para aprovechar las diferencias en retención y selectividad de cada método. De esta manera, los analitos más polares, poco o no retenidos por RPLC, o aquellos no resueltos por este modo, fueron analizados por HILIC, y viceversa. Esta estrategia ha sido utilizada para toxinas, antibióticos o drogas de abuso [32-34].

Fases HILIC y RPLC también han sido combinadas en serie para aplicaciones ambientales [35-37]. Esto es sólo posible gracias a la similitud de las fases móviles de ambos tipos de cromatografía, y al alto porcentaje de solvente orgánico utilizado en HILIC que permite la introducción del flujo proveniente de la columna RPLC. Aunque otra estrategia para aprovechar la selectividad alternativa de HILIC y RPLC es utilizarlas en cromatografía multidimensional, no existen hasta la fecha aplicaciones en el área ambiental.

3.2. Fase móvil

Tal como se ha mencionado, la fase móvil en HILIC es similar a RPLC, donde se utiliza una mezcla de solventes orgánicos y agua. Sin embargo, en HILIC el agua es el solvente con mayor fuerza elutrápica, por lo que, en condiciones iniciales, el porcentaje de agua es bajo y se va aumentando para eluir los analitos. En HILIC, los gradientes de elución pueden empezar con porcentajes de agua tan bajos como 2 % y llegar hasta un 70 % de agua

[2]. En aplicaciones ambientales, ambos tipos de elución, gradiente e isocrático, son bastantes comunes, siendo el segundo especialmente ventajoso para evitar los largos tiempos de equilibrio observados en varias ocasiones en fases HILIC.

El solvente orgánico mayormente utilizado para la fase móvil en HILIC es acetonitrilo, porque solventes próticos como el metanol, tienden a competir con los analitos por sitios activos de la fase móvil, disminuyendo la retención de los mismos [14]. Aún así, se ha demostrado que agregar un pequeño porcentaje de metanol a fases compuestas de agua y acetonitrilo puede aumentar la sensibilidad, hecho atribuido a una mejor ionización de los analitos [38, 39].

En HILIC, las fases móviles están frecuentemente tamponadas, y el pH y la concentración de sal usadas pueden afectar la retención y por tanto la separación de los compuestos de interés. Las soluciones tampón comúnmente utilizadas para este fin son HCOOH/HCOONH₄ y CH₃COOH/CH₃COONH₄, especialmente si HILIC está acoplada a MS, gracias a la volatilidad de estas sales. Los cambios de pH y concentración afectan más a la retención cuando se trabaja con fases con grupos iónicos o compuestos ácidos o básicos, ya que su estado de ionización variará con los cambios de pH [4]. A diferencia de RPLC, en general en HILIC los analitos cargados se retendrán más que su forma neutra porque, en principio, son más hidrofílicos. Además, el intercambio iónico con fases cargadas puede beneficiarse de un cambio de pH. Por ejemplo, tal como se ha mencionado anteriormente, compuestos de carácter básico pueden presentar mayor retención en fases de sílice o basadas en sílice a mayor pH, gracias a que las interacciones con los grupos silanoles cargados negativamente se ven favorecidas. Las interacciones de intercambio iónico entre fase y analitos pueden, por el contrario, verse desfavorecidas por un incremento en la concentración de sal, que significa un aumento en la fuerza iónica. En este sentido, se ha observado que cuando hay atracción electrostática, un aumento de la concentración de sal disminuye la retención, mientras que ésta aumenta si las interacciones iónicas son del tipo repulsivo. Además, en estas condiciones, la elevada concentración de contraiones compite con los analitos por los grupos iónicos de la fase [2, 40, 41]. Cabe destacar que los aditivos (sales y ácidos) de la fase móvil pueden añadirse sólo a la capa acuosa o a la mezcla con el solvente orgánico. En el segundo caso, si se hace de manera que la concentración de sal o pH se mantenga constante durante toda la separación, puede ser más beneficioso en términos de separación o formas de pico, especialmente cuando interacciones iónicas intervienen en la retención [15].

Un incremento en la concentración de sal también puede incrementar el tiempo de retención de analitos neutros. La explicación más aceptada para este fenómeno, que de hecho ha sido experimentalmente demostrada, es que la capa de agua formada sobre la fase estacionaria en condiciones HILIC, incrementa su grosor gracias al mayor número moléculas solvatadas en la capa acuosa [6].

Una ventaja adicional del alto porcentaje de solvente orgánico que se usa en HILIC está relacionado con el solvente de inyección. HILIC, a diferencia de RPLC, es compatible con la inyección de extractos con alto contenido de disolventes orgánicos [42, 43]. Esto puede contribuir a la simplificación del tratamiento de muestra [25], o incluso al acoplamiento en línea de técnicas de extracción tales como SPE [44].

En métodos HILIC para muestras ambientales, las fases móviles normalmente contienen desde 0 hasta 200 mM de sales de HCOONH₄ o CH₃COONH₄, ajustadas a pH ácidos. En la Tabla 2, se muestran ejemplos de fases móviles comúnmente utilizadas en el área ambiental. El ácido más utilizado es HCOOH, incluso en combinación con CH₃COONH₄, o en ausencia de sales. Tal como se ha mencionado, la adición de pequeñas cantidades de solventes orgánicos apróticos tales como metanol o isopropanol, se ha utilizado con el propósito de mejorar la ionización en instrumentos MS [38, 39, 45]. En realidad, no existen reglas claras para seleccionar la fase móvil en HILIC para muestras complejas como las ambientales. Normalmente, la mayoría de los estudios incluyen una etapa de optimización donde la proporción más adecuada de acetonitrilo (ACN)/H₂O es evaluada, así como el pH, concentración de sal y tipo de aditivos. Aún así, las particularidades discutidas hasta ahora son útiles para interpretar los resultados que se observen durante esta etapa de optimización.

4. APLICACIONES AMBIENTALES

Las ventajas de HILIC han posicionado este modo de LC como una de las estrategias recientes más prometedoras para la separación de compuestos polares. Gracias a ello, numerosos estudios han utilizado HILIC en diferentes áreas tales como ciencias ambientales, análisis de alimentos, farmacéutica, biotecnología, etc. En el libro titulado *Hydrophilic Interaction Liquid Chromatography (HILIC) and Advanced Applications* [46], se recogen las aplicaciones HILIC más importantes desarrolladas en estas áreas. En el área ambiental, probablemente el artículo de revisión más importante describiendo aplicaciones de HILIC es el publicado por A. L. N. van Nuijs [47],

donde se da especial atención al tipo de contaminantes normalmente analizados por HILIC.

Los contaminantes más comúnmente separados usando HILIC son fármacos [48-50], drogas de abuso [23, 24] y toxinas [42, 43, 51] producidas por organismos acuáticos, tal como se puede apreciar en la Tabla 2. Otros analitos tales como edulcorantes [25], pesticidas [39], químicos de interés industrial [52], estrógenos [37] o incluso fulerenos polares [28], también han sido separados usando HILIC. En cuanto a muestras ambientales se refiere, también se puede apreciar en la tabla, que HILIC ha sido mayormente aplicada a muestras de aguas, en especial a muestras de aguas residuales y de río, aunque también se han analizado con este tipo de LC muestras de organismos acuáticos, tales como algas, cianobacterias o peces.

Es un hecho ampliamente conocido que las muestras ambientales son matrices bastante complejas, por lo que para su análisis es necesario el empleo de técnicas que proporcionen una alta sensibilidad. En este sentido, la HILIC-MS representa una herramienta prometedora para mejorar los métodos existentes para el análisis de este tipo de muestras. Al emplearse altos porcentajes de acetonitrilo en la fase móvil, los procesos de ionización y desolvatación de

los analitos en la interface se ven favorecidos [53]. Ciertamente, varios estudios empleando HILIC han mostrado valores de efecto matriz casi despreciables [54, 55]. Sin embargo, también se han observado valores considerablemente altos [56], que pueden atribuirse a la presencia de interferencias iónicas en muestras muy complejas.

En efecto, la calidad de la señal en MS depende de muchos factores aparte de la separación de LC, entre ellas el tipo de extracción y la fuente de ionización utilizadas. Por esta razón, es difícil determinar si el uso de HILIC realmente conduce a obtener mejor respuesta en equipos de MS. Aunque la mayoría de los estudios en aplicaciones ambientales utilizan fuentes de ionización por electrospray (ESI) y analizadores de triple cuadrupolo (QqQ), éstos utilizan diferentes procedimientos para el tratamiento de muestra y diferentes condiciones de fase móvil. Para realmente determinar la contribución de HILIC en este sentido, se ha de diseñar una comparación sistemática con otros métodos tradicionales, donde las condiciones de tratamiento de muestra e instrumentales sean las mismas, y los parámetros de LC sean lo más similar posible, salvando las diferencias inherentes al tipo de LC. Este tipo de estudios se han hecho mayormente durante la etapa de optimización de HILIC, utilizando

Tabla 2. Fases estacionarias más utilizadas en HILIC.

Matriz	Contaminantes	Fase Estacionaria	Fase Móvil	Ref.
Aguas ambientales	Fármacos	Sílice	ACN, 15 mM CH ₃ COONH ₄ , pH 4,5 CH ₃ COOH	[44]
	Fármacos	Zwitteriónica	ACN, 10 mM HCOONH ₄ , pH 3 HCOOH	[30]
	Fármacos	Zwitteriónica	ACN, 30 mM HCOONH ₄ , pH no ajustado	[48]
	Fármacos	Diol entrecruzado	ACN, MeOH, 5 mM CH ₃ COONH ₄	[49]
	Fármacos	Zwitteriónica	ACN, 2 mM CH ₃ COONH ₄ , 0,05% HCOOH	[33]
	Fármacos	Amida	ACN, 1 mM HCOONH ₄ , 0,01% HCOOH	[36]
	Fármacos	Zwitteriónica	ACN, 0,1 % HCOOH	[50]
	Fármacos	Zwitteriónica	ACN, CH ₃ COONH ₄ , pH 5 CH ₃ COOH	[57]
	Fármacos	Zwitteriónica	ACN, propanol, 20-100 mM HCOONH ₄ , pH 4 CH ₃ COOH	[58]
	Fármacos	Zwitteriónica	ACN, 2 mM HCOONH ₄ , pH 3 HCOOH	[29]
	Toxinas	Zwitteriónica	ACN, 0,1 % HCOOH	[42]
	Drogas de abuso	Diol entrecruzado	ACN, 5 mM CH ₃ COONH ₄	[24]
	Drogas de abuso	Polar embebida	ACN, 10 mM HCOONH ₄ , pH 0,1% HCOOH	[34]
	Drogas de abuso	PFP	ACN, 0,1 % HCOOH	[23]
	Edulcorantes	Sílice	ACN, MeOH, HCOONH ₄ pH 3,5	[45]
	Edulcorantes	Diol entrecruzado	ACN, 5 mM CH ₃ COONH ₄ pH 3,5	[59]
	Edulcorantes	Zwitteriónica	ACN, 100 mM HCOONH ₄ pH 3,75 HCOOH	[25]
	Acrilamida	Sílice	ACN, 0,1% HCOOH	[52]
	Herbicidas	Zwitteriónica	ACN, MeOH, 20 mM CH ₃ COONH ₄ /CH ₃ COOH	[38]
Metabolito arma química	Diol entrecruzado	ACN, 10 mM CH ₃ COONH ₄	[54]	
Organismos acuáticos	Toxinas	Amida	ACN, 4 mM HCOONH ₄ , pH 3,5 HCOOH	[43]
	Toxinas	Zwitteriónica	ACN, 0,1 % HCOOH	[51]
	Toxinas	Amida	ACN, 5 mM HCOONH ₄ , pH 3,5 HCOOH	[32]
	Toxinas	C18-HILIC en serie	ACN, 10 mM CH ₃ COONH ₄ 0,1% HCOOH	[35]
	Toxinas	Sílice	ACN, 2 mM HCOONH ₄ 0,1% HCOOH	[60]
	Melamina	Sílice	ACN 20 mM HCOONH ₄	[61]

muestras de agua ultrapura, pero son escasos aquellos aplicados a muestras ambientales. Un ejemplo de este tipo de estudios es el trabajo de Ordoñez *et al.* [27] donde se compararon dos metodologías basadas en HILIC y RPLC en una muestra de agua residual.

5. CONCLUSIONES

Existen numerosas consideraciones que se deben tomar en cuenta al desarrollar un método HILIC. Entre ellas, la selección de la fase estacionaria y móvil es muy importante, porque determina qué tipos de interacciones (entre reparto hidrofílico, adsorción, intercambio iónico, puentes de hidrógeno, etc.) serán predominantes y controlarán la retención. Aunque normalmente esta selección ha de ser cuidadosamente optimizada, ciertas observaciones discutidas en este artículo, así como una visión global de las condiciones más frecuentemente utilizadas, ofrecen gran ayuda para comenzar el proceso de desarrollar un método HILIC para muestras ambientales. Además, a pesar de que existen varios estudios evidenciando las ventajas ofrecidas por este nuevo modo de LC, en términos de retención, separación y selectividad, todavía existe una gran lista de contaminantes polares que pueden beneficiarse del uso de HILIC. Además, aún hay puntos que necesitan resultados inequívocos de la contribución de HILIC en el área ambiental, como es el caso de sus ventajas respecto a una mejora en la sensibilidad en instrumentos de MS.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Ministerio de Economía y Competitividad por la financiación concedida al proyecto CTQ2014-52617-P y la ayuda BES-2012-057792 para el desarrollo de esta investigación.

REFERENCIAS

- [1] P. Hemstrom, K. Irgum, Hydrophilic interaction chromatography, *J. Sep. Sci.* 29 (2006) 1784-1821.
- [2] P. Jandera, Stationary and mobile phases in hydrophilic interaction chromatography: a review, *Anal. Chim. Acta* 692 (2011) 1-25.
- [3] A.J. Alpert, Hydrophilic-interaction chromatography for the separation of peptides, nucleic-acids and other polar compounds, *J. Chromatogr.* 499 (1990) 177-196.
- [4] D.V. McCalley, Separation mechanisms in hydrophilic interaction chromatography, in: B.A.P. Olsen, Brian W. (Ed.) *Hydrophilic Interaction Chromatography: A Guide for Practitioners*, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2013.
- [5] D.V. McCalley, U.D. Neue, Estimation of the extent of the water-rich layer associated with the silica surface in hydrophilic interaction chromatography, *J. Chromatogr. A* 1192 (2008) 225-229.
- [6] G. Greco, S. Grosse, T. Letzel, Study of the retention behavior in zwitterionic hydrophilic interaction chromatography of isomeric hydroxy- and aminobenzoic acids, *J. Chromatogr. A* 1235 (2012) 60-67.
- [7] E. Wikberg, T. Sparman, C. Viklund, T. Jonsson, K. Irgum, A H-2 nuclear magnetic resonance study of the state of water in neat silica and zwitterionic stationary phases and its influence on the chromatographic retention characteristics in hydrophilic interaction high-performance liquid chromatography, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 6630-6638.
- [8] S.M. Melnikov, A. Holtzel, A. Seidel-Morgenstern, U. Tallarek, A molecular dynamics study on the partitioning mechanism in hydrophilic interaction chromatography, *Angew. Chem. Int. Ed.* 51 (2012) 6251-6254.
- [9] Y. Guo, Recent progress in the fundamental understanding of hydrophilic interaction chromatography (HILIC), *Analyst* 140 (2015) 6452-6466.
- [10] W. Bicker, J.Y. Wu, H. Yeman, K. Albert, W. Lindner, Retention and selectivity effects caused by bonding of a polar urea-type ligand to silica: A study on mixed-mode retention mechanisms and the pivotal role of solute-silanol interactions in the hydrophilic interaction chromatography elution mode, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 882-895.
- [11] B. Buszewski, S. Noga, Hydrophilic interaction liquid chromatography (HILIC)-a powerful separation technique, *Anal. Bioanal. Chem.* 402 (2012) 231-247.
- [12] A.E. Karatapanis, Y.C. Fiamegos, C.D. Stalikas, A revisit to the retention mechanism of hydrophilic interaction liquid chromatography using model organic compounds, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 2871-2879.
- [13] T.L. Chester, J.W. Coym, Effect of phase ratio on van't Hoff analysis in reversed-phase liquid chromatography, and phase-ratio-independent estimation of transfer enthalpy, *J. Chromatogr. A* 1003 (2003) 101-111.
- [14] Z. Hao, B. Xiao, N. Weng, Impact of column temperature and mobile phase components on selectivity of hydrophilic interaction chromatography (HILIC), *J. Sep. Sci.* 31 (2008) 1449-1464.
- [15] D.V. McCalley, Study of the selectivity, retention mechanisms and performance of alternative silica-based stationary phases for separation of ionised solutes in hydrophilic interaction chromatography, *J. Chromatogr. A* 1217 (2010) 3408-3417.
- [16] Y. Kawachi, T. Ikegami, H. Takubo, Y. Ikegami, M. Miyamoto, N. Tanaka, Chromatographic characterization of hydrophilic interaction liquid chromatography stationary phases: Hydrophilicity, charge effects, structural selectivity, and separation efficiency, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 5903-5919.
- [17] N.P. Dinh, T. Jonsson, K. Irgum, Probing the interaction mode in hydrophilic interaction chromatography, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 5880-5891.
- [18] R.I. Chirita, C. West, S. Zubrzycki, A.L. Finaru, C. Elfakir, Investigations on the chromatographic behav-

- our of zwitterionic stationary phases used in hydrophilic interaction chromatography, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 5939-5963.
- [19] Y. Guo, S. Gaiki, Retention and selectivity of stationary phases for hydrophilic interaction chromatography, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 5920-5938.
- [20] L.Z. Qiao, X.Z. Shi, G.W. Xu, Recent advances in development and characterization of stationary phases for hydrophilic interaction chromatography, *Trends Anal. Chem.* 81 (2016) 23-33.
- [21] P. Jandera, Stationary phases for hydrophilic interaction chromatography, their characterization and implementation into multidimensional chromatography concepts, *J. Sep. Sci.* 31 (2008) 1421-1437.
- [22] J. Urban, P. Jandera, Recent advances in the design of organic polymer monoliths for reversed-phase and hydrophilic interaction chromatography separations of small molecules, *Anal. Bioanal. Chem.* 405 (2013) 2123-2131.
- [23] K.J. Bisceglia, A.L. Roberts, M.M. Schantz, K.A. Lippa, Quantification of drugs of abuse in municipal wastewater via SPE and direct injection liquid chromatography mass spectrometry, *Anal. Bioanal. Chem.* 398 (2010) 2701-2712.
- [24] A.L.N. van Nuijs, I. Tarcomnicu, L. Bervoets, R. Blust, P.G. Jorens, H. Neels, A. Covaci, Analysis of drugs of abuse in wastewater by hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *Anal. Bioanal. Chem.* 395 (2009) 819-828.
- [25] D. Salas, F. Borrull, N. Fontanals, R.M. Marcé, Hydrophilic interaction liquid chromatography coupled to high-resolution mass spectrometry to determine artificial sweeteners in environmental waters, *Anal. Bioanal. Chem.* 407 (2015) 4277-4285.
- [26] A. Gheorghe, A. van Nuijs, B. Pecceu, L. Bervoets, P.G. Jorens, R. Blust, H. Neels, A. Covaci, Analysis of cocaine and its principal metabolites in waste and surface water using solid-phase extraction and liquid chromatography-ion trap tandem mass spectrometry, *Anal. Bioanal. Chem.* 391 (2008) 1309-1319.
- [27] E.Y. Ordoñez, J. Benito Quintana, R. Rodil, R. Cela, Determination of artificial sweeteners in sewage sludge samples using pressurised liquid extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *J. Chromatogr. A* 1320 (2013) 10-16.
- [28] T.C. Chao, G.X. Song, N. Hansmeier, P. Westerhoff, P. Herckes, R.U. Halden, Characterization and liquid chromatography-MS/MS based quantification of hydroxylated fullerenes, *Anal. Chem.* 83 (2011) 1777-1783.
- [29] S. Echeverría, P. Herrero, F. Borrull, N. Fontanals, E. Pocurull, Performance of zwitterionic hydrophilic interaction LC for the determination of iodinated X-ray contrast agents, *J. Sep. Sci.* 36 (2013) 3688-3695.
- [30] M. Scheurer, F. Sacher, H.J. Brauch, Occurrence of the antidiabetic drug metformin in sewage and surface waters in Germany, *J. Environ. Monitor.* 11 (2009) 1608-1613.
- [31] K.M. Peru, S.L. Kuchta, J.V. Headley, A.J. Cessna, Development of a hydrophilic interaction chromatography-mass spectrometry assay for spectinomycin and lincomycin in liquid hog manure supernatant and runoff from cropland, *J. Chromatogr. A* 1107 (2006) 152-158.
- [32] A. Lajeunesse, P.A. Segura, M. Gelinas, C. Hudon, K. Thomas, M.A. Quilliam, C. Gagnon, Detection and confirmation of saxitoxin analogues in freshwater benthic *Lyngbya wollei* algae collected in the St. Lawrence River (Canada) by liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *J. Chromatogr. A* 1219 (2012) 93-103.
- [33] J. Rossmann, S. Schubert, R. Gurke, R. Oertel, W. Kirch, Simultaneous determination of most prescribed antibiotics in multiple urban wastewater by SPE-LC-MS/MS, *J. Chromatogr. B* 969 (2014) 162-170.
- [34] K.J. Bisceglia, A.L. Roberts, K.A. Lippa, A hydrolysis procedure for the analysis of total cocaine residues in wastewater, *Anal. Bioanal. Chem.* 402 (2012) 1277-1287.
- [35] J.H. Chen, L.Y. Gao, Z.Y. Li, S. Wang, J.X. Li, W. Cao, C.J. Sun, L. Zheng, X.R. Wang, Simultaneous screening for lipophilic and hydrophilic toxins in marine harmful algae using a serially coupled reversed-phase and hydrophilic interaction liquid chromatography separation system with high-resolution mass spectrometry, *Anal. Chim. Acta* 914 (2016) 117-126.
- [36] M. Rajab, G. Greco, C. Heim, B. Helmreich, T. Letzel, Serial coupling of RP and zwitterionic hydrophilic interaction LC-MS: Suspects screening of diclofenac transformation products by oxidation with a boron-doped diamond electrode, *J. Sep. Sci.* 36 (2013) 3011-3018.
- [37] F. Qin, Y.Y. Zhao, M.B. Sawyer, X.F. Li, Column-switching reversed phase-hydrophilic interaction liquid chromatography/tandem mass spectrometry method for determination of free estrogens and their conjugates in river water, *Anal. Chim. Acta* 627 (2008) 91-98.
- [38] V. Fauvelle, N. Mazzella, S. Morin, S. Moreira, B. Delest, H. Budzinski, Hydrophilic interaction liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry for acidic herbicides and metabolites analysis in fresh water, *Environ. Sci. Pollut. R.* 22 (2015) 3988-3996.
- [39] T. Hayama, H. Yoshida, K. Todoroki, H. Nohta, M. Yamaguchi, Determination of polar organophosphorus pesticides in water samples by hydrophilic interaction liquid chromatography with tandem mass spectrometry, *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 22 (2008) 2203-2210.
- [40] A. Kumar, J.C. Heaton, D.V. McCalley, Practical investigation of the factors that affect the selectivity in hydrophilic interaction chromatography, *J. Chromatogr. A* 1276 (2013) 33-46.

- [41] C.D. Iverson, X.Y. Gu, C.A. Lucy, The hydrophilicity vs. ion interaction selectivity plot revisited: The effect of mobile phase pH and buffer concentration on hydrophilic interaction liquid chromatography selectivity behavior, *J. Chromatogr. A* 1458 (2016) 82-89.
- [42] E. Barbaro, R. Zangrando, S. Rossi, W.R.L. Cairns, R. Piazza, F. Corami, C. Barbante, A. Gambaro, Domoic acid at trace levels in lagoon waters: assessment of a method using internal standard quantification, *Anal. Bioanal. Chem.* 405 (2013) 9113-9123.
- [43] M. Halme, M.L. Rapinoja, M. Karjalainen, P. Vanninen, Verification and quantification of saxitoxin from algal samples using fast and validated hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry method, *J. Chromatogr. B* 880 (2012) 50-57.
- [44] N. Fontanals, R.M. Marcé, F. Borrull, On-line solid-phase extraction coupled to hydrophilic interaction chromatography-mass spectrometry for the determination of polar drugs, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 5975-5980.
- [45] M.G. Kokotou, N.S. Thomaidis, Determination of eight artificial sweeteners in wastewater by hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *Anal. Methods* 5 (2013) 3825-3833.
- [46] P.G. Wang, W. He, *Hydrophilic Interaction Liquid Chromatography (HILIC) and Advanced Applications*, CRC Press, United States of America, 2011.
- [47] A.L.N. van Nuijs, I. Tarcomnicu, A. Covaci, Application of hydrophilic interaction chromatography for the analysis of polar contaminants in food and environmental samples, *J. Chromatogr. A* 1218 (2011) 5964-5974.
- [48] L. Kovalova, C.S. Mc Ardell, J. Hollender, Challenge of high polarity and low concentrations in analysis of cytostatics and metabolites in wastewater by hydrophilic interaction chromatography/tandem mass spectrometry, *J. Chromatogr. A* 1216 (2009) 1100-1108.
- [49] A.L.N. van Nuijs, I. Tarcomnicu, W. Simons, L. Bervoets, R. Blust, P.G. Jorens, H. Neels, A. Covaci, Optimization and validation of a hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry method for the determination of 13 top-prescribed pharmaceuticals in influent wastewater, *Anal. Bioanal. Chem.* 398 (2010) 2211-2222.
- [50] R.H. Lindberg, G. Fedorova, K.M. Blum, J. Pulit-Prociak, A. Gillman, J. Jarhult, P. Appelblad, H. Soderstrom, Online solid phase extraction liquid chromatography using bonded zwitterionic stationary phases and tandem mass spectrometry for rapid environmental trace analysis of highly polar hydrophilic compounds - Application for the antiviral drug Zanamivir, *Talanta* 141 (2015) 164-169.
- [51] A. Combes, S. El Abdellaoui, C. Sarazin, J. Vial, A. Mejean, O. Ploux, V. Pichon, B. Grp, Validation of the analytical procedure for the determination of the neurotoxin beta-N-methylamino-L-alanine in complex environmental samples, *Anal. Chim. Acta* 771 (2013) 42-49.
- [52] W.J. Backe, V. Yingling, T. Johnson, The determination of acrylamide in environmental and drinking waters by large-volume injection - hydrophilic-interaction liquid chromatography and tandem mass spectrometry, *J. Chromatogr. A* 1334 (2014) 72-78.
- [53] H.P. Nguyen, K.A. Schug, The advantages of ESI-MS detection in conjunction with HILIC mode separations: Fundamentals and applications, *J. Sep. Sci.* 31 (2008) 1465-1480.
- [54] I. Rodin, T. Baygildiev, A. Stavrianidi, A. Braun, I. Rybalchenko, O. Shpigun, Hydrophilic Interaction Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry Methylphosphonic Acid Determination in Water Samples after Derivatization with p-Bromophenacyl Bromide, *Chromatographia* 78 (2015) 585-591.
- [55] T. Kubo, N. Kato, K. Hosoya, K. Kaya, Effective determination method for a cyanobacterial neurotoxin, beta-N-methylamino-L-alanine, *Toxicon* 51 (2008) 1264-1268.
- [56] A.F. Li, Z.J. Tian, J. Li, R.C. Yu, S.A. Banack, Z.Y. Wang, Detection of the neurotoxin BMAA within cyanobacteria isolated from freshwater in China, *Toxicon* 55 (2010) 947-953.
- [57] U. Lindner, J. Lingott, S. Richter, W. Jiang, N. Jakubowski, U. Panne, Analysis of Gadolinium-based contrast agents in tap water with a new hydrophilic interaction chromatography (ZIC-chILIC) hyphenated with inductively coupled plasma mass spectrometry, *Anal. Bioanal. Chem.* 407 (2015) 2415-2422.
- [58] J. Vidmar, A. Martincic, R. Milacic, J. Scancar, Speciation of cisplatin in environmental water samples by hydrophilic interaction liquid chromatography coupled to inductively coupled plasma mass spectrometry, *Talanta* 138 (2015) 1-7.
- [59] E.Y. Ordoñez, J.B. Quintana, R. Rodil, R. Cela, Determination of artificial sweeteners in water samples by solid-phase extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *J. Chromatogr. A* 1256 (2012) 197-205.
- [60] M. Esterhuizen-Londt, S. Kuhn, S. Pflugmacher, Development and validation of an in-house quantitative analysis method for cylindrospermopsin using hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry: Quantification demonstrated in 4 aquatic organisms, *Environ. Toxicol. Chem.* 34 (2015) 2878-2883.
- [61] W.C. Andersen, S.B. Turnipseed, C.M. Karbiwnyk, S.B. Clark, M.R. Madson, C.A. Gieseker, R.A. Miller, N.G. Rummel, R. Reimschuessel, Determination and confirmation of melamine residues in catfish, trout, tilapia, salmon, and shrimp by liquid chromatography with tandem mass spectrometry, *J. Agr. Food Chem.* 56 (2008) 4340-4347.

It's a Triple Quad, and so much more.

See how QTRAP® addresses your biggest analytical challenges

QTRAP Top
5

QTRAP technology delivers equivalent or better data, and more of it, than you can capture on an ordinary triple quad system.

Learn how you can overcome these 5 common challenges by taking the leap to QTRAP.

1

Quantitation challenges due to complex matrices?

QTRAP technology can decrease the worry for accurate quantitation free from matrix interferences.

Increase data selectivity beyond triple quad technology. The integrated Linear Ion Trap's (LIT) unique MRM³ scan functionality enables quantitation from second generation fragment ions, decreasing matrix interferences without added sample prep.

2

Not sure about the accuracy of your compound ID?

QTRAP technology can reduce the doubt for definitive compound identification.

Increase specificity beyond triple quad technology. QTRAP's enhanced product ion (EPI) functionality gives you complete MS/MS spectra to cross reference with an integrated library for ultimate confirmation when reporting your results.

3

Looking to increase throughput by decreasing sample rechecks?

QTRAP technology produces more high quality results in every run.

Increase throughput beyond triple quad technology. By capturing MRM and enhanced product ion (EPI) MS/MS confirmation scans in one injection, you get high quality MRM quantitation with MS/MS confirmation at once for ultimate throughput and fewer rechecks.

4

Needing to find unknowns in your samples?

QTRAP technology has the tools for your search.

Screen for unknowns better than you can with triple quad technology. With the enhanced mass spec (EMS), enhanced resolution (ER) and enhanced product ion (EPI) scanning capabilities, QTRAP can help you find and characterize components in your sample.

5

Being asked to do more than just quantitation?

QTRAP technology gives you diversity.

Enable your lab with functionality beyond triple quad technology. Sensitive and robust MRM quantitation combines with multiple other unique enhanced scan functions, giving you the quantitative performance of a triple quad system with added power to develop new methods or improve your existing workflows. Experience the power to do so much more on one mass spec system.



QTRAP meets the challenge.
Better selectivity. Complete confidence. Unrivalled efficiency. Ultimate performance.

XVII REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA (46ª REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GCTA)

El pasado mes de octubre de 2017, entre los días 3 y 5, se celebró la 15ª edición de las Jornadas de Análisis Instrumental (JAI) y fue, en este contexto, donde tuvo lugar la XVII Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA). La sede de la reunión fue, como en ediciones anteriores, el Recinto Ferial Gran Vía de L'Hospitalet de Llobregat (Barcelona) coincidiendo con la celebración de EXPOQUIMIA.

En esta ocasión, la SECyTA fue la Sociedad encargada de organizar el evento en colaboración con la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM), la Sociedad de Espectroscopia Aplicada (SEA) y la Sociedad Española de Proteómica (SEProt). La celebración de la Reunión Científica de la SECyTA en el marco de las JAI supuso una oportunidad única para conocer las últimas investigaciones en el campo de la Química Analítica y el Análisis Instrumental, tanto desde un punto de vista de investigación fundamental como aplicada, y sirvió de punto de encuentro entre las distintas Sociedades Científicas relacionadas con este campo, así como con el sector empresarial, las Administraciones, los estudiantes y la sociedad en general.

Una vez más, la SECyTA apostó por los jóvenes investigadores fomentando su participación en la Reunión por varias vías: mediante la concesión de becas de asistencia y de ayudas de viaje, y fomentando su participación en el programa científico a través de las sesiones especiales dedicadas a jóvenes investigadores y de las sesiones de comunicaciones flash de aquellos posters seleccionados por el Comité Científico como destacados.

El programa científico elaborado también nos permitió disfrutar de ponencias de altísimo nivel, calidad y prestigio científico. Así, la conferencia inaugural corrió a cargo del **Dr. Bruno Le Bizec**, del Laboratoire d'Etude des Résidus et Contaminants dans les Aliments de Francia, que nos habló sobre cómo los últimos avances en química analítica han permitido mejorar el control y la seguridad alimentaria en su conferencia titulada "An ever-increased confidence in

chemical food safety driven by latest analytical innovations". Esa misma tarde también pudimos disfrutar de la conferencia del **Dr. Stuart Harrad** (Universidad de Birmingham, Reino Unido), titulada "The environmental fate and behaviour of halogenated flame retardants", que nos dio una visión muy completa sobre la problemática y el estudio de los retardantes de llama en el aire, principalmente, dentro de nuestros hogares y lugares de trabajo. La mañana del miércoles se inició con la conferencia plenaria del **Dr. Daniel W. Armstrong**, del Departamento de Química y Bioquímica de la Universidad de Texas, en la que, bajo el título "Chromatographic separations at sensor speeds: practice, consequences and advantages", pudimos ver ejemplos de separación tanto quirales como no quirales en tiempos por debajo de los pocos segundos y su aplicación en sistemas de cromatografía bidimensional. Este mismo día, contamos también con la presencia de investigadores españoles de reconocido prestigio internacional, concretamente la **Dra. Rosa Maria Marcé** de la Universidad Rovira i Virgili (Tarragona) nos habló de los últimos avances en técnicas de extracción y su aplicación a estudios medioambientales en la conferencia invitada titulada "Role of the extraction techniques in environmental analysis" y el **Dr. Jorge Pisonero** de la Universidad de Oviedo nos dio una visión muy novedosa sobre el análisis multi-elemental de materiales de uso diario utilizando técnicas de "Glow Discharge" acopladas a espectrometría de masas en su conferencia "Fast elemental depth profile analysis of nano and micro layers with high sensitivity using Pulsed Glow Discharge Mass Spectrometry". Así mismo, el jueves pudimos asistir a dos conferencias invitadas a cargo de los **Dres. Rosa Ventura** (del Laboratorio Antidoping de Barcelona) y **Félix Elortza** (del Centro de Investigación Cooperativa en Biociencias, CIC bioGUNE, en Bilbao) que nos hablaron de su investigación en temas tan interesantes como el desarrollo de metodologías analíticas para la mejora del control antidoping (conferencia titulada "Latest developments in doping control in sports") y el desarrollo de nuevos métodos instrumentales para la detección y caracterización de péptidos y su aplicación a distintos problemas clínicos (en

la conferencia titulada “Endogenous peptidomics: from peptide profiling to molecular histology”). Por último, la conferencia de clausura corrió a cargo del **Dr. Govert W. Somsen**, de la Vrije Universiteit de Amsterdam, quien en su ponencia titulada “Probing intact protein heterogeneity with LC-MS and CE-MS” presentó distintos diseños de nuevos sistemas de LC-MS y CE-MS para el estudio de la heterogeneidad de proteínas y sus distintas aplicaciones.

El programa científico se completó con 21 comunicaciones orales, 11 comunicaciones orales dentro de las sesiones reservadas a jóvenes investigadores, 12 comunicaciones en formato flash y 96 posters, todo ello cubriendo distintos temas que iban desde nuevos desarrollos en instrumentación analítica, automatización y miniaturización en análisis químico, nanotecnología, técnicas ómicas, nuevos desarrollos en preparación de muestras, sensores químicos y biosensores, contribuciones teóricas y quimiometría, hasta aplicaciones en el análisis de alimentos, de productos farmacéuticos, de procesos y productos industriales, análisis medioambiental y clínico.

Dentro de los actos incluidos en el programa social, la noche del 4 de octubre tuvo lugar la cena de gala del congreso, celebrada en el Restaurante Visual, situado en la última planta de la Torre Catalunya, en la que además de disfrutar de una estupenda cena y unas maravillosas vistas de Barcelona, pudimos asistir al acto de entrega de la medalla de honor de la SECyTA a miembros destacados de la Sociedad. En esta ocasión,

las personas homenajeadas fueron **M^a José González** y **Juan Solé**, ambas, personas muy señaladas por su contribución a las técnicas de separación en España y por su relevancia en la SECyTA.

Finalmente, durante la ceremonia de clausura el día 5 de octubre, tuvo lugar la entrega de los diplomas a los jóvenes investigadores premiados en la XIII Edición de los Premios José Antonio García Domínguez y la presentación de la sede de la próxima Reunión Científica de la SECyTA que tendrá lugar en la ciudad de Granada bajo la coordinación de la **Dra. Ana M^a García-Campaña**.

Por último, me gustaría aprovechar estas líneas para felicitar al Comité Científico y Organizador y, especialmente, al responsable de ambos, el presidente de la SECyTA, **Dr. Javier Santos**, por el gran esfuerzo y dedicación empleados para conseguir que estas 15^{as} JAI llegasen a buen puerto. Sé que esta tarea no ha sido fácil, no sólo por las características propias de la celebración de la Reunión Científica de la SECyTA en el entorno de las JAI y EXPOQUIMIA, sino, además, por las dificultades añadidas por la situación política y social vivida estos días con paros de transporte público, tráfico rodado y otros servicios en la ciudad de Barcelona el mismo día de la inauguración de las Jornadas.

Belén Gómara
Instituto de Química Orgánica General del CSIC

XIII EDICIÓN PREMIOS “JOSÉ ANTONIO GARCÍA DOMÍNGUEZ”

En el marco de las 15^{as} JORNADAS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL celebradas en Barcelona del 3 al 5 de octubre de 2017 se otorgaron los premios José Antonio García Domínguez a las mejores comunicaciones orales y tipo cartel presentadas en dicha reunión. Como en anteriores ediciones, esta XIII edición de los premios ha sido patrocinada por Bruker.

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

Comunicación: O-YS-08

Título: ION MOBILITY MASS SPECTROMETRY AS A NOVEL TOOL FOR SUPPORTING STERIODOMICS STUDIES

Autores: M. Hernández-Mesa, A. Escourrou, F. Monteau, G. Dervilly-Pinel, B. Le Bizec, LUNAM Université, Oniris, Laboratoire d'Etude des Résidus et Contaminants dans les Aliments (LABERCA), Nantes, Francia.

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

Comunicación: O-YS-05

Título: USE OF NANOFLOW LIQUID CHROMATOGRAPHY HIGH RESOLUTION MASS SPECTROMETRY FOR THE DETERMINATION OF PESTICIDES IN SPECIFIC PART OF BEES, POLLEN AND NECTAR

Autores: D. Moreno-González^a, J. Alcántara-Durán^a, J.F. García-Reyes^a, A. Molina-Díaz^a, V. Cutillas^b, A.R. Fernández-Alba^b

^a Analytical Chemistry Research Group, Department of Physical and Analytical Chemistry, University of Jaén, Campus De Las Lagunillas, Jaén, España

^b Agrifood Campus of International Excellence (ceiA3), European Union Reference Laboratory for Pesticide Residues in Fruit & Vegetables, University of Almería, Almería, España

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

Comunicación: P-29

Título: FAST CHIRAL DISCRIMINATION OF DL-

AMINO ACIDS BY TRAPPED ION MOBILITY SPECTROMETRY AFTER (+)FLEC DERIVATIZATION

Autores: R. Pérez-Míguez^{a,b}, E. Domínguez-Vega^b, M. Castro-Puyana^a, M.L. Marina^a, G.W. Somsen^b

^a Universidad de Alcalá, Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química, Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, Alcalá de Henares (Madrid), España

^b Vrije Universiteit, Division of BioAnalytical Chemistry, AIMMS research group BioMolecular Analysis, Faculty of Science, De Boelelaan 1085, Amsterdam, Holanda

2^o Premio al mejor Póster (300 euros)

Comunicación: P-42

Título: DIRECT DETERMINATION OF STEROID GLUCURONIDES IN HUMAN URINE BY UHPLC-ESI- (ID)MS/MS AND ISOTOPE PATTERN DECONVOLUTION

Autores: J. Pitarch-Motellón^a, A.F. Roig-Navarro^a, O.J. Pozo^b, M. Ibáñez Martínez^a, J.V. Sancho Llopis^a

^a Research Institute for Pesticides and Water, Universitat Jaume I, Castellón, España

^b Bioanalysis Research Group, IMIM, Hospital del Mar, Doctor Aiguader 88, Barcelona, España

La entrega de los premios tuvo lugar el día 5 de octubre de 2017 durante la ceremonia de clausura de las 15^{as} JORNADAS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL.

Juan Vicente Sancho
Secretario de la SECyTA

1^{er} Premio a la mejor Comunicación Oral
ION MOBILITY MASS SPECTROMETRY AS A NOVEL TOOL FOR SUPPORTING STERIODOMICS STUDIES

Maykel Hernández-Mesa, Antoine Escourrou, Fabrice Monteau, Gaud Dervilly-Pinel, Bruno Le Bizec

The global investigation of metabolites (metabolomics) in different fields, including steroids, has resulted in the discovery of new biomarkers high-

lighting chemical exposures or diseases. Traditionally, GC-MS and LC-MS have been implemented for steroids determination, but these techniques present several disadvantages such as the requirement of derivatization procedures in GC or the low sensitivity observed when ESI is employed. Despite the high selectivity of GC and LC, it cannot be enough for the separation of isomeric steroids, whereas their detection at trace levels in complex matrices can be limited by the presence of chemical noise or matrix interferences. Thus, the unambiguous identification and quantification of certain molecular species can be difficult leading to false assignments. In order to overcome these drawbacks, ion mobility spectrometry (IMS) is proposed as a solution which can be easily included in current analytical workflows. IMS introduces an extra separation dimension allowing the separation of ionized molecules based on their m/z and shape or averaged Collision Cross-Sectional area (CCS). As a result, isomeric and isobaric compounds can be separated based on their structural differences while targeted analytes can be isolated from matrix interferences and background noise. CCS also provides specific information on structural conformation, which can be used as additional identification criteria to retention time and accurate mass when it is orthogonal to m/z .

Based on the foregoing, we have investigated the potential of the IMS for steroid determination. This work proposes the first large CCS database for steroids in order to investigate it as additional identification criteria to retention time and accurate mass in LC-IMS-MS analyses. Information for more than 250 steroids, including estrogens, androgens, progestogens and mineralocorticoids, has been included in the proposed database. Although a correlation between m/z and CCS can be expected because both are related parameters, it has been observed that several steroids present different CCS than the theoretically predicted one (e.g., trenbolone or dianabol) and CCS defects or excesses are observed. This is especially relevant because CCS can be used as an orthogonal parameter to m/z for steroid identification. In addition, the employment of IMS may result crucial for the identification of those analytes which possess the same m/z . IMS allows the separation of isomeric and isobaric compounds, so the consideration of analyte drift times (or their related CCS) in identification assignment workflows, may be a valuable information for achieving higher confidence in the analytical results. As an example, this work proposes the ion mobility separation of several isomer and isobaric pairs such as steroid glucuronides presenting the same m/z .

2º Premio a la mejor Comunicación Oral

USE OF NANOFLOW LIQUID CHROMATOGRAPHY HIGH RESOLUTION MASS SPECTROMETRY FOR THE DETERMINATION OF PESTICIDES IN SPECIFIC PART OF BEES, POLLEN AND NECTAR

David Moreno-González, Jaime Alcántara-Durán, Juan F. García-Reyes, Antonio Molina-Díaz, Victor Cutillas, Amadeo R. Fernández-Alba

Bees have been an integral part of agriculture for many centuries for the pollination of crops. In fact, approximately 35% of crops depend directly on pollinators. Several studies have proven the role of pesticides in bee deaths and colony collapse disorder. It has been reported that pesticide residues can be accumulated in the pollen and nectar of treated plants, thus posing a potential risk to honey bees. The presence of these residues in nectar and pollen is, therefore, of great concern. The development of analytical methods, which can determine pesticide residues in these types of matrices at very low concentrations, has acquired significant relevance across the globe. On the other hand, to get how pesticide residues can affect bees it is necessary to develop analytical methods, which could detect these compounds in a specific part (abdomen, thorax or head) from one single specimen. Several methods have proposed the use of a pool of bees to obtain enough sample to carry out the sample treatment. However, each bee could have a different content of pesticide residues. Nano flow liquid chromatography coupled with electrospray tandem MS can be an interesting alternative to conventional LC methodologies. It provides significant benefits in terms of sensitivity and matrix effects. In this communication, a method based on nanoflow liquid chromatography high resolution mass spectrometry is proposed for the identification and simultaneous quantification of over 100 pesticides in bee parts, nectar and pollen samples. Detection was undertaken with a Thermo Q-Exactive Orbitrap mass spectrometer equipped with an Easy-Spray nano-electrospray ion source. For the separation of the selected pesticides, a Thermo Scientific EASY-nLC 1000 nano-LC system was used. An EASY-Spray column was employed. Mobile phases A and B were water and acetonitrile, respectively, both with 0.1 % formic acid. The injection volume was 1 μL . Flow rate was set at 300 $\text{nL} \cdot \text{min}^{-1}$. The extraction of pesticides from pollen samples can be performed by modified micro-QuEChERS method. Whereas nectar samples

were simply diluted with a solution water-methanol (95/5; v/v), pesticides from bee parts were extracted with MeOH assisted by ultrasound. Good linearity was obtained (greater than 0.999 in all cases). Recoveries for fortified samples ranged from 85 % to 97 %, with relative standard deviations lower than 12 %. The matrix effect was evaluated for pollen, showing a negligible effect for all studied pesticides, applying a dilution factor of 50. The limits of quantification ranged from 1 to 15 ng·kg⁻¹. In addition, a set of real samples were analyzed, obtaining a positive for thiamethoxan in pollen samples (1.3 µg·kg⁻¹), demonstrating the sensitivity and applicability of the proposed method.

1^{er} Premio al mejor Póster

FAST CHIRAL DISCRIMINATION OF DL-AMINO ACIDS BY TRAPPED ION MOBILITY SPECTROMETRY AFTER (+)FLEC DERIVATIZATION

Raquel Pérez-Míguez, Elena Domínguez-Vega, María Castro-Puyana, María Luisa Marina, Govert W. Somsen

Amino acids (AAs) are a group of organic molecules that play an essential role in the physiology organism. In foods, in addition to the essential proteinogenic AAs, non-protein AAs (more than 800) such as metabolic intermediates, products formed during food processing or additives can be present. Most AAs are chiral molecules. L-AAs are the dominant natural form, but still D-AAs can be found in foods as a consequence of racemization due to food processing, microbiological processes, or fraudulent addition of racemic mixtures in the particular case of supplemented foodstuffs. Therefore, the determination of D-AAs in the food field enables to assess food quality, authenticity and safety.

The most employed analytical techniques to achieve enantiomeric separation of AAs are High Performance Liquid Chromatography, Gas Chromatography and Capillary Electrophoresis. In these techniques, the separation process mostly relies on the use of chiral stationary phases and selectors, and typically take 5-30 min. More recently, Ion Mobility Spectrometry (IMS) has been demonstrated to be a powerful tool for the fast separation of isobaric or isomeric compounds. In IMS, gas phase ions are separated based on their mobility in an electric field through a neutral gas medium in a drift tube. So far, chiral separation of AAs by IM has been demonstrated only in few occasions by using a chiral

volatile complexing agent, or by forming metal-ion complexes.

In this work, we investigated a new approach for fast chiral AA separation employing Trapped Ion Mobility Spectrometry-Time of Flight Mass Spectrometry (TIMS-TOFMS). DL-AAs were first derivatized with (+)-fluorenylchloroformate (FLEC) to form diastereomers and then analyzed by TIMS-TOFMS employing electrospray ionization. Diastereomer mobility resolution could be achieved by adjusting TIMS voltage ramps for individual FLEC-AAs. Na-adduct formation appeared a requirement for separation of the FLEC-AA diastereomers. The D/L migration order was dependent on the structure of the compound. Good enantioresolution was obtained by TIMS for 15 DL-AAs of food interest. Chiral separation of multiple AA in mixtures was shown feasible. This new TIMS-TOFMS methodology can be considered as a promising easy and fast alternative approach for the separation of AA enantiomers.

2^o Premio al mejor Póster

DIRECT DETERMINATION OF STEROID GLUCURONIDES IN HUMAN URINE BY UHPLC-ESI-(ID)MS/MS AND ISOTOPE PATTERN DECONVOLUTION

Jorge Pitarch-Motellón, Antoni F. Roig-Navarro, Oscar J. Pozo, María Ibáñez Martínez, Juan V. Sancho Llopis

Misuse of steroids is currently a problem of public health. Regarding doping in sports, the detection of the abuse of endogenous anabolic androgenic steroids (EAAS) remains one of the main challenges for doping control laboratories. Currently, the screening of EAAS is based on the inclusion of selected markers in the steroidal module of the Athlete Biological Passport (ABP). These markers are testosterone (T), epitestosterone (E), androsterone (A), etiocholanolone (Etio), 5 α -androstane-3 α ,17 β -diol (5 α Adiol) and 5 β -androstane-3 α ,17 β -diol (5 β Adiol) excreted as glucuronide metabolites. The World Anti-Doping Agency (WADA) recommends a procedure which includes an enzymatic hydrolysis, a derivatization step and GC/MS. Alternatively, ultra-high performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry (UHPLC-MS/MS), which also shows suitable chromatographic performance and sensitivity, allows for the direct determination of steroid glucuronides by omitting the hydrolysis step. On the other hand, the commonly employed elec-

troscopy ionization (ESI) source in LC-MS/MS can suffer ion suppression or enhancement problems hampering the accurate quantification required in EAAS determination. The use of isotope labelled internal standards (ILIS) is widely recognized as the best way to overcome those matrix effect problems. Moreover, isotope pattern deconvolution (IPD) mathematical tool in isotope dilution mass spectrometry (IDMS) circumvents the need of preparing and measuring a calibration curve. It is recognized as a fast, accurate and precise quantification methodology. In the present work, it has been employed for the direct determination of glucuronide metabolites included in the steroidal module of the ABP. After a centrifugation step, urine is fortified with the deuterated

analogues, diluted and injected in the UHPLC-ESI-MS/MS instrument.

Separation of the glucuronides has been conducted with a 2.1 x 100 mm, 1.6 μm solid-core particles column. A methanol gradient has been optimized to obtain the baseline separation of EtioG and 5 β AdiolG to avoid the mass spectrum overlap between M^{+2} isotopomer of EtioG and protonated molecule of 5 β AdiolG. After successful preliminary results, method validation will be performed with fortified urines at different levels of the six selected glucuronides.

NOTA DE LA REDACCIÓN

Desde el Comité Editorial del Boletín de la SECyTA nos es grato hacernos eco del reciente nombramiento como nueva Presidenta del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC) de la Dra. Rosa Menéndez López, miembro de nuestra sociedad desde 1983 hasta 2005.

Doctora en Química por la Universidad de Oviedo, la Dra. Menéndez es Profesora de Investigación en el Instituto Nacional del Carbón de Oviedo, ha sido directora de dicho Instituto y Vicepresidenta de Investigación Científica y Técnica del CSIC. Su actividad investigadora se ha centrado principalmente en la optimización de los procesos de conversión del carbón y revalorización de sus derivados, así como de los procedentes del petróleo, mediante su utilización como precursores de materiales de carbono, iniciando también una línea de investigación sobre el grafeno y su aplicación en distintos campos (almacenamiento de energía y reactores nucleares de fusión, biomedicina, etc.). Ha participado en más de treinta proyectos de investigación, encabezando como investigadora principal una veintena de ellos y coordinando cinco proyectos europeos. Ha recibido también diversos reconocimientos entre los que cabe destacar el XIX Premio DuPont de la Ciencia (2009) y el Premio de la Sociedad Española de Materiales (2016). Es autora de más de 200 artículos, tiene 10 patentes y ha dirigido 20 Tesis Doctorales. Ha sido Presidenta de la Asociación Europea de Materiales de Carbono (ECA), miembro del Comité Científico Asesor de la multinacional



La nueva Presidenta del CSIC, Rosa Menéndez (CSIC Comunicación).

SASOL, Presidenta del Grupo Español del Carbón, Vicedecana del Colegio de Químicos de Asturias y León y gestora de los Programas Nacionales de Materiales y Energía. En la actualidad forma parte del Comité Científico Asesor del Industrial Química del Nalón, es miembro de la comisión Nacional Evaluadora de la Actividad Investigadora (CNEAI), miembro del Consejo Rector de la Agencia Estatal de Investigación y coordinadora institucional del CSIC en Asturias, entre otros cargos.

Deseamos que esta nueva etapa en su carrera profesional sea fructífera y enriquecedora, tanto para ella como para el CSIC.

17ª ASAMBLEA GENERAL DE LA SECyTA

ACTA DE LA 17ª ASAMBLEA GENERAL DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATO-GRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES (SECyTA)

La 17ª Asamblea General de la SECyTA, que contó con la asistencia de 65 socios, se celebró el día 04 de octubre de 2017, a las 17:55 h, en la sala 4.1 del recinto Gran Vía de la Fira de Barcelona (Av. Joan Carles I, 64, 08908-L'Hospitalet de Llobregat, Barcelona) con el siguiente orden del día:

- 1) Lectura y aprobación, si procede, del acta de la Reunión anterior
- 2) Informe del Presidente
- 3) Informe del Secretario
- 4) Informe del Tesorero
- 5) Elecciones a la Junta de Gobierno
- 6) Ruegos y preguntas

Desarrollo de la sesión y acuerdos adoptados

En primer lugar, el Presidente da la bienvenida a todos los asistentes, a pesar de las dificultades logísticas de los últimos días, y expresa su más sincero agradecimiento a los miembros de los Comités Científico y Organizador de la JAI 2017 por el excelente trabajo realizado.

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

El presidente indica a los asistentes que el acta de la 16ª Asamblea General de la SECyTA celebrada el año pasado en Sevilla está disponible en la página web de la SECyTA y fue remitida por correo electrónico a los socios la semana pasada, por lo que ha habido tiempo suficiente para que la consulten todos los socios. En este momento el Presidente pregunta si alguno de los asistentes quiere hacer alguna modificación al acta o si algún socio quiere que se lea el acta en su totalidad. Al no haber ninguna intervención por parte de los socios presentes, se procede a aprobar el acta y se pasa al punto siguiente.

Antes de continuar con el punto 2 del orden del día el Presidente solicita de los asistentes que se adelante el punto 5º, "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.

El presidente 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: una vicepresidenta (Yolanda Picó), Tesorero (Jordi Díaz), 2 vocales (Ana María García Campaña y Miguel Ángel Pérez) y, por renuncia de su cargo, 1 vocal (María José González).

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

- 26 de junio de 2017: Envío de la convocatoria de elecciones por carta a los socios de la SECyTA.
- 21 de julio de 2017: Fecha límite para la presentación de candidaturas.
- 24 de julio de 2017: Comunicación al Presidente y a los miembros de la Junta de Gobierno de los candidatos presentados.
- 26 de julio de 2017: 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.
- 29 de septiembre de 2017: Fecha límite de aceptación de votos por correo.
- 4 de octubre de 2017: Votación en la Asamblea General de la SECyTA (en el marco de la XVII Reunión Científica en Barcelona).

Transcurrido los plazos establecidos, los miembros de la SECyTA que presentaron su candidatura a estas elecciones 2017 fueron los siguientes:

Vicepresidente: Dra. Ana María García Campaña (Universidad de Granada)
Tesorero: Dr. Jordi Díaz Ferrero (Instituto Químico de Sarrià, Barcelona)
Vocales: D. Miguel Ángel Pérez Alonso (Bruker Española SA)
Dr. José Antonio González Pérez (IRNAS-CSIC, Sevilla)
Dra. Núria Fontanals Torroja (Universitat Rovira i Virgili, Tarragona)

Todas las candidaturas presentadas han sido avaladas por la Junta de Gobierno.

A continuación, se procedió a constituir la Mesa Electoral, de acuerdo con la normativa de elecciones aprobada en Junta de Gobierno de 5 de julio de 2007, y que establece que la Mesa estará formada por el socio más antiguo y el más moderno que se encuentre presente en la Asamblea. El Presidente cede la palabra al Secretario de la SECyTA para que se pueda constituir la Mesa electoral, que correspondió al Dr. José Carlos Díez Masa (Nº socio 23) y la D^a Marta Pastor Belda (Nº socio 1874).

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 del Presidente.

En su informe, el Presidente trató los siguientes temas.

2.1 Celebración de las 15^{as} JAI (XVII Reunión Científica de la SECyTA).

El Presidente indicó que como ya se comentó en la anterior Asamblea de la SECyTA, la celebración de las 15^{as} Jornadas de Análisis Instrumental estaba supeditada a la aceptación por parte de la SEQA de una segunda propuesta enviada por parte de Fira de Barcelona. Esta nueva propuesta, enviada en diciembre de 2016, no fue finalmente aceptada por la SEQA y, por consiguiente, la SECyTA inició los contactos con diversas sociedades para organizar la reunión de SECyTA-2017 fuera del entorno de Expoquimia. El 3 de Enero de 2017, la directora de Fira de Barcelona solicitó a la SECyTA la celebración de una reunión para tratar el tema de la organización de las JAI. La reunión en la que participó Pilar Navarro, por parte de Fira de Barcelona, y Joan Grimalt y Francisco Javier Santos por la SECyTA, tuvo lugar el 12 de enero de 2017. En esta reunión la directora de Expoquimia propuso oficialmente a la SECyTA la organización de las 15^{as} JAI en las mismas condiciones económicas y de gestión que en la edición de 2014.

Tras evaluar la propuesta y supeditar la aceptación a la firma de un acuerdo en donde se detallasen todos los aspectos económicos y de organización de la reunión, la Junta Directiva de la SECyTA tomó la decisión de organizar las 15^{as} JAI en colaboración con la SEEM, SEA y SEProt a finales de enero de 2017. Las

razones de esta decisión se fundamentan en el valor añadido que ha supuesto siempre para la SECyTA y las sociedades participantes la celebración de una reunión conjunta en el marco de Expoquimia y el hecho de mantener las condiciones económicas y de organización como en ediciones anteriores.

En esta edición se han recibido un total de 136 comunicaciones, distribuidas en 21 orales ordinarias y 11 orales de jóvenes investigadores, que optan al premio José Antonio García Domínguez, y 96 pósteres, de los cuales 12 han sido seleccionados para su presentación en formato flash, además de las 8 conferencias invitadas. El número total de inscritos en esta edición (150 congresistas) ha sido claramente inferior a la participación alcanzada en las 14^{as} JAI celebradas en 2014, que fue de 260 asistentes. Comparado con las reuniones propias de la SECyTA, la participación en las 15^{as} JAI ha sido también ligeramente inferior. Por ejemplo, en la reunión de Sevilla (2016) se alcanzaron 181 inscritos, mientras que en Castellón (2015) en la reunión conjunta SECyTA-SEEM el número total de participantes fue de 178. Es evidente que el hecho de no poder contar en esta edición de las JAI con la participación de la SEQA ha incidido negativamente en la participación, pero esto no quita que desde la Junta se deba analizar de una forma crítica las razones de esta disminución. Está claro que celebrar nuestra reunión cada tres años en Barcelona no resulta tan atractivo para nuestros asociados como lo era en ediciones anteriores y quizás el formato y la estructura de las Jornadas tampoco ayuda. En este sentido el Presidente indica que le gustaría recabar la opinión de los socios asistentes al respecto en el punto 6 del orden del día.

Respecto a las becas de inscripción y ayuda de viaje concedidas para facilitar la asistencia de los jóvenes investigadores a esta edición de las JAI, se han concedido 36 becas de inscripción y 25 ayudas de viaje. El coste de las becas de inscripción y ayudas de viaje podrá ser cubierto por la dotación económica acordada con Fira de Barcelona para la organización de la reunión.

Como en años anteriores, se ha gestionado con la revista *Journal of Chromatography A* la creación de un volumen especial virtual dedicado a recoger los trabajos presentados en las JAI. Los artículos deberán seguir el proceso habitual de revisión por pares para su aceptación. El Presidente recuerda que la fecha límite para el envío de trabajos es el 31 de diciembre de 2017. Todos los asistentes a las JAI han recibido por email

las instrucciones para el envío de los trabajos y dichas instrucciones están también disponibles en la web de las 15^{as} JAI.

El Presidente aprovecha para informar de que el volumen especial virtual de la reunión SECyTA 2016 ya se puede consultar en la web de la revista *Journal of Chromatography A*. El número total de artículos aceptados ha sido de 14 y superan los trabajos presentados en el volumen especial de 2015 (7 artículos) y 2014 (9 artículos). Desde la Junta se quiere seguir impulsando la publicación en esta revista científica de los trabajos presentados en nuestras reuniones. Creemos que mantener la relación con la revista *Journal of Chromatography A* supone un prestigio para nuestra sociedad y sirve para dar a conocer la investigación que se realiza en este país.

2.2 Acto homenaje a Socios destacados de la SECyTA.

El Presidente comenta que como ya es tradicional, en esta edición de las JAI se llevará a cabo el homenaje a socios de la SECyTA que, por su valiosa contribución al desarrollo de la cromatografía y sus técnicas afines en España, han jugado un papel destacado y relevante. El Presidente recuerda que dicho acto homenaje se celebraría durante la cena de gala de las 15^{as} Jornadas de Análisis Instrumental que tendrá lugar esa misma noche. En este acto se hará entrega a M^a José González Carlos y Joan Solé Ribalta la medalla conmemorativa como Socios de Honor de la SECyTA.

Así mismo, el Presidente recordó la figura del Dr. Guillermo Ramis Ramos, Catedrático de Química Analítica de la Universidad de Valencia y miembro activo y muy querido de nuestra Sociedad, que el pasado 2 de junio falleció después de una larga enfermedad. En nombre de la SECyTA, el Presidente comunicó a su esposa, la Dra. M^a Celia García Álvarez-Coque, y a su familia nuestras condolencias y se espera desde la Junta poder organizar un homenaje póstumo a su persona en la próxima reunión de la SECyTA.

2.3 Cierre económico de la XVI Reunión SECyTA 2016.

El Presidente informa que se ha procedido al cierre económico de la reunión, con un balance final ligeramente negativo. En los próximos días se procederá a realizar la transferencia de este importe a los organizadores del congreso.

El Presidente dio las gracias en nombre de la SECyTA a los organizadores de la XVI Reunión científica

ca SECyTA 2016, José Antonio González y José M^a de la Rosa, por el excelente trabajo y organización realizada.

2.4 Organización de la próxima Reunión Científica SECyTA 2018.

El Presidente anuncia que la próxima reunión Científica SECyTA 2018 (XVIII Reunión de la SECyTA, XLVII GCTA) se celebrará en Granada. La Reunión estará organizada por la Dra. Ana María García-Campaña, de la Universidad de Granada. Las fechas de la celebración de la reunión de SECyTA 2018 se anunciarán con la suficiente antelación.

El Presidente destaca la importancia que tienen para todos los socios las reuniones de la SECyTA, tanto desde el punto de vista científico como de reconocimiento y proyección internacional de la Sociedad. Por ello, solicitó la ayuda e implicación no sólo de los miembros de la Junta de Gobierno sino también de todos los socios para que la próxima reunión sea un éxito.

2.5 Colaboración de la SECyTA en otros congresos.

El Presidente informa que La SECyTA ha participado como sociedad colaboradora en los siguientes congresos concediendo becas para facilitar la asistencia de jóvenes socios. Los congresos han sido:

SETAC Europe 27th Annual Meeting, Brussels, 7-11 mayo 2017; 45th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques-HPLC 2017, Prague, 18-22 junio 2017; 19th International Symposium on Advances in Extraction Technologies, Santiago de Compostela, 27-30 junio 2017; VIII Reunión de la SEEM - V Reunión Nacional de Dioxinas, Barcelona, 12-16 junio 2017; 28th Pharmaceutical and Biomedical Analysis Conference (PBA 2017), Madrid, 2-5 julio 2017.

Se ha establecido también una colaboración para el año 2018 con el Prof. Norman Dovichi, Chair del 47th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques-HPLC 2018, que se celebrará en Washington DC (USA), del 29 de julio al 1 de agosto de 2018.

2.6 XIII Edición de los premios José Antonio García Domínguez – SECyTA 2017.

El Presidente informa de la convocatoria de la XIII Edición de los Premios José Antonio García

Domínguez. En esta edición, se han presentado un total de 11 comunicaciones orales y 29 pósteres. Comparado con ediciones anteriores se ha vuelto a los valores habituales tanto para las orales como para los pósteres. El jurado encargado de fallar dichos premios se ha escogido preferentemente entre los miembros del Comité Científico y Organizador y el acto de entrega de los mismos tendrá lugar el jueves 5 de octubre durante la ceremonia de clausura de las 15^{as} JAI.

2.7 Premios mejor tesis doctoral.

Como ya comentó el Presidente en la anterior Asamblea, desde la Junta se quiere impulsar la Convocatoria de un premio a las mejores tesis doctorales relacionadas con las técnicas cromatográficas y afines. Estos premios, de carácter anual, pretenden premiar a las mejores tesis doctorales y finalmente se ha podido llegar a un acuerdo con Agilent Technologies para que patrocinen estos premios. Antes de que finalice este año se establecerán las bases de dichos premios y se designará una Comisión compuesta por investigadores de reconocido prestigio para evaluar las tesis presentadas. La entrega de los premios se realizará en la reunión de SECyTA 2018.

3. Informe de la Secretaría.

En su informe, la Secretaría trató los siguientes temas.

3.1 Socios de la SECyTA.

El Secretario de la SECyTA, Dr. Juan V. Sancho, informa de que desde la última Asamblea General, celebrada el 3 de noviembre de 2016 en Sevilla, hasta hoy, 4 de octubre de 2017, se han recibido un total de 45 altas y 20 bajas. De nuevo, tras cuatro ediciones con balances negativos en número de socios, se consolida el cambio de tendencia observado en la anterior edición, con un balance neto de +25 socios. En el listado actual de Secretaría el número de socios a día de la celebración de esta Asamblea es de 534 socios.

El número de altas está creciendo respecto a la media de los últimos dos-tres años y, de las 20 bajas, ninguna corresponde a bajas estatutarias (debido a que el socio en cuestión lleva tres impagos consecutivos), una baja ha sido realizada desde secretaría/tesorería al tratarse de socios de los que no se disponía de número de cuenta y con los que se intentó contactar sin éxito por todos los medios disponibles y 5 corresponden a jubilación. El

resto de bajas (14) engloban las bajas anuales habituales, típicamente por cambios profesionales donde las técnicas cromatográficas ya no son tan importantes.

3.2 Ayudas concedidas por la SECyTA.

Se han concedido un total de 11 ayudas (de 500 € cada una) para la asistencia a congresos internacionales, distribuidos de la siguiente forma:

- 3 ayudas para la asistencia al SETAC 2016: 27th Europe Annual Meeting. May 7th - 11th 2017. Brussels, Belgium.
- 3 ayudas para la asistencia al 45th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2017), June 18th – 22nd 2017. Prague, Czech Republic.
- 1 ayuda para la asistencia al 19th International Symposium on Advances in Extraction Technologies (Extech 2017) June 27th – 30th 2017. Santiago de Compostela, Spain.
- 1 ayuda para la asistencia al 16th International Conference on Chemistry and the Environment (ICCE 2017), June 18th – 22nd 2017. Oslo, Norway.
- 2 ayudas para la asistencia al XIX Euroanalysis, August 28th – September 1st 2017. Stockholm, Sweden.
- 1 ayuda para la asistencia al 7th IWA Conference on Odours and Air Emissions (IWA2017), September 25th-27th 2017. Warsaw, Poland.

Se han concedido un total de 13 ayudas (de 250 € cada una) para la asistencia a congresos patrocinados por nuestra Sociedad, distribuidos de la siguiente forma:

- 2 ayudas para la asistencia al 28th International Symposium on Pharmaceutical and Biomedical Analysis (PBA2017). July 2nd - 5th 2017. Madrid, Spain.
- 4 ayudas para la asistencia a la VIII Reunión de la SEEM-V Reunión Nacional de Dioxinas, Furanos y Compuestos orgánicos persistentes relacionados. Junio 12-16 2017. Barcelona.
- 7 ayudas para la asistencia al 19th International Symposium on Advances in Extraction Technologies (Extech 2017), June 27th – 30th 2017. Santiago de Compostela, Spain.

En este año la inversión en ayudas para que nuestros socios jóvenes puedan asistir a eventos internacionales así como patrocinados se ha multiplicado por 6, demostrando el interés de la Sociedad por promocionar a nuestros asociados. 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 36 becas de inscripción a la XVII Reunión Científica de la SECyTA (que han supuesto un total de 6.480 €) y 25 ayudas de viaje (4.375 €) a jóvenes investigadores socios de la SECyTA que se desplazasen desde fuera de Barcelona. De nuevo, poner de manifiesto el esfuerzo de la Sociedad para que sus socios estudiantes puedan asistir y difundir los resultados de sus investigaciones.

3.3 Colaboración de la SECyTA con otros congresos.

La SECyTA colaboró en la celebración del 28th International Symposium on Pharmaceutical and Biomedical Analysis (PBA2017) celebrado en Madrid del 2 al 5 de julio de 2017, la VIII Reunión Nacional de Espectrometría de Masas - V Reunión Nacional de Dioxinas, Furanos y Compuestos orgánicos persistentes relacionada celebrada en Barcelona del 12 al 16 de junio de 2017 y el 19th International Symposium on Advances in Extraction Technologies (Extech 2017) celebrado en Santiago de Compostela del 27 al 30 de junio de 2017. La colaboración consistía en la concesión de ayudas para la asistencia a dichos congresos apareciendo el logo de la Sociedad en las correspondientes webs de los congresos. Como se ha indicado en el punto anterior, se solicitaron y concedieron 14 ayudas.

3.4 Temas Generales.

Debido al cambio en la Secretaría, se ha tenido que implementar una nueva lista de correo para comunicación con los socios desde Secretaría. Esta lista de correo se ha debido de implementar obligatoriamente mediante "Google groups" ya que la organización del actual secretario (Universitat Jaume I de Castelló) tiene todo el correo como Gmail.

Solamente comentar a los socios, que algunos han rechazado pertenecer a la lista de correo de la SECyTA, por lo que no podrán estar informados sobre noticias que pensamos son de interés para los socios. En el caso de que la declinación de aceptar la invitación a la lista de correo fuera involuntaria, desde Secretaría, durante este último trimestre de 2017 se volverán a enviar las invitaciones rechazadas para su aceptación, en su caso.

De nuevo reitero, como comenté el año pasado, que para evitar problemas en los futuros cambios en

Secretaría se debería explorar la posibilidad de que la empresa que ofrece el alojamiento de la web de la Sociedad, también pudiera ofrecer un servicio de *mailing*, para que el cambio en Secretaría no implicara un cambio en el sistema de implementación de la lista de correo.

3.5 Publicidad de eventos.

A través de la página web, el Boletín y de *mailings* enviados desde la Secretaría de la Sociedad, se han publicitado los siguientes eventos:

- 27 congresos internacionales
- 6 cursos de especialización
- 8 ofertas de contratos/becas
- 1 máster universitario

3.6 Special issue of *Journal of Chromatography A*.

Como ya ha mencionado el Presidente, desde Secretaría también se recuerda a los asistentes que se pueden enviar los trabajos presentados a la Reunión actual como artículos a publicar en un Volumen Virtual Especial de la revista *Journal of Chromatography A*, como se ha venido haciendo en los 5 años anteriores. Las instrucciones para el envío de los artículos, así como la fecha límite (31 diciembre de 2017) están indicados en la página web del congreso. Se anima a los socios a que envíen los trabajos a publicar, ya que los números de los últimos años eran relativamente bajos para el número de comunicaciones presentadas a la Reunión, aunque la pasada edición se ha producido un repunte que debemos consolidar.

4. Informe del Tesorero.

En el informe del Tesorero se trataron los siguientes asuntos.

El Tesorero de la SECyTA, Dr. Jordi Díaz Ferrero, presenta el estado de cuentas y el balance de ingresos y gastos desde la pasada Asamblea General celebrada en Sevilla el 3 de noviembre de 2016 (del 01-11-2016 al 30-09-2017), siendo positivo el saldo actual con el que cuenta nuestra Sociedad.

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

- Se está produciendo una disminución en los ingresos por publicidad en el Boletín, de modo que el mismo representa un costo para la Sociedad, a pesar de ya haber disminuido los costes de impresión.

- Respecto a las cuotas de empresas, agradecer a las mismas su aportación al balance anual. Durante este año se ha incorporado alguna más a ser empresa colaboradora o patrocinadora de SECyTA.
- Respecto a las cuotas de socios, tenemos un ligero aumento debido al mayor número de los mismos. El Tesorero recuerda que el importe de la cuota de socio es idéntica desde la fundación de la Sociedad en 2000.
- Este año no ha habido Gastos de Junta como tal, pero sí dos envíos por correo regular a los socios al ser año electoral.
- Los gastos respecto a la web han sido bajos, sólo mantenimiento de dominio.
- Respetos a los impuestos, básicamente la declaración del IVA.
- Como se puede observar, los intereses no compensan los gastos bancarios, a pesar del depósito a plazo fijo del que dispone la Sociedad.
- En el apartado de Congresos tenemos un balance positivo porque ya se ha contabilizado el ingreso de Fira de Barcelona por organizar las JAI 2017, pero todavía faltan los gastos de Secretaría Técnica.
- El apartado de Becas de ayuda para asistencia a congresos internacionales y patrocinados, como ya se ha comentado anteriormente, resultó bastante superior a años anteriores.

A continuación, el Tesorero presenta el balance económico de la XVI Reunión Científica de la SECyTA celebrada en Sevilla en 2016. Cabe destacar que el balance de la reunión ha quedado prácticamente a cero. Así mismo, el Tesorero presenta a continuación los gastos para la Sociedad derivados de la celebración de la XVI Reunión Científica de la SECyTA, teniendo en cuenta las becas de inscripción y ayudas de viaje concedidas, los premios José Antonio García Domínguez y la transferencia a los organizadores.

El Tesorero indica al Secretario y a los estudiantes socios becados que se pasará a repartir los cheques nominativos con el importe de la ayuda, mientras tiene lugar el turno de ruegos y preguntas. Así mismo, la mesa electoral está llevando a cabo el recuento de los votos.

6. Ruegos y preguntas

A continuación se abre el turno de ruegos y preguntas y la Dra. María Teresa Galcerán interviene para comentar que en su opinión se debería dedicar más tiempo dentro del programa científico a la discusión de los posters, ya que se presentan en este formato muchos trabajos de

elevada calidad que reciben una limitada atención dentro del Programa Científico. Una posible solución sería disminuir el número de orales dentro del Programa Científico para que tengan cabida sesiones de discusión de pósteres que permitan dar un mayor peso a este tipo de comunicaciones. Así mismo, la Dra. Galcerán pregunta si la Junta de Gobierno ha cambiado la política respecto al hecho de incluir el coste de las becas de inscripción dentro de los gastos propios de la reunión. El Presidente contesta que no se ha cambiado de criterio y espera poder conseguir que el importe de las becas pueda ser asumido por los organizadores en futuros congresos.

El Presidente pregunta a los socios asistentes si sería más conveniente celebrar las reuniones de la SECyTA cada dos años en cuanto a organización y número de asistentes. A este respecto, la Dra. Encarnación Moyano, Presidenta de la SEEM, comenta que la Sociedad Española de Espectrometría de Masas realiza reuniones bianuales, los años impares, y que en las últimas ediciones sus reuniones se han celebrado en colaboración con otras sociedades o grupos. El Dr. Joan Grimalt propone como posible solución para aumentar la asistencia organizar las reuniones de la SECyTA en colaboración con la SEEM de forma alternada. En este sentido, la Dra. Moyano informa que la SEEM va a organizar su Reunión bienal en 2019 junto con el grupo de Espectrometría de Masas portugués en una localización aún por determinar pero próxima a Portugal y en la que la SECyTA podría participar.

El Presidente comenta que en la próxima reunión de la Junta de Gobierno, que está prevista para antes de final de este año, se tratará el tema del formato de las Reuniones de la SECyTA y su futura celebración en colaboración con la SEEM. Se invitará a la Presidenta de la SEEM para abordar los detalles de la organización de la reunión del 2019. Por el momento, para el año 2018 la Reunión Científica de la SECyTA se celebrará en Granada organizada por la Dra. Ana María García Campaña.

Respecto a la posible organización de la próxima edición de las JAI, el Dr. Joan Grimalt toma la palabra y pregunta a los asistentes si creen que es interesante continuar con la organización de la próxima edición de las JAI. Su opinión es que se debería abrir un periodo de reflexión para poder tomar una decisión al respecto con la suficiente antelación y tener claro si se celebrará dentro de tres años una nueva edición de las JAI.

A este respecto, toma la palabra el Sr. Joan Solé comentando que Expoquimia está muerta. Muchas

empresas dedicadas a la Cromatografía ya no asisten a la Exposición comercial, algunas hace tiempo, como Agilent, otras desde esta edición como Bruker o Sciex. En este año han participado Waters, Thermo, Perkin Elmer y Jasco, y en su opinión personal duda que algunas repitan. Por lo que propone que en el caso de querer continuar con las JAI, habría que trasladarlas y desligarlas de una Expoquimia que cada vez va a menos en cuanto a instrumentación científica. El Presidente responde que este es un tema que debe ser tratado con tiempo por la Junta de Gobierno y poder hacer una propuesta a los socios para su aprobación.

5. Continuación del 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 de los votos enviados por correo, el Secretario procede a la lectura del Acta de Votación entregada por el Presidente de la Mesa Electoral, Dr. José Carlos Díez-Masa. Los resultados de la votación son los siguientes:

- Votos emitidos totales: 78 (65 votos en sala y 13 recibidos por correo)
- Votos nulos: 2
- Votos emitidos válidos: 76

El reparto de los votos emitidos ha sido el siguiente:

Cargo	Candidato/a	Votos
Vicepresidente	Dra. Ana María García Campaña	71
Tesorero	Dr. Jordi Díaz Ferrero	74
Vocales	Dra. Núria Fontanals Torroja	69
	Dr. José Antonio González Pérez	61
	D. Miguel Ángel Pérez Alonso	67

Como resultado de la votación, los miembros de la Junta de Gobierno de la SECyTA son los siguientes:

Presidente: Francisco Javier Santos Vicente
(Universidad de Barcelona, Barcelona)

Vicepresidente: Joan Grimalt Obrador
(Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua, CSIC, Barcelona)

Ana María García Campaña
(Universidad de Granada)

Secretario: Juan Vicente Sancho Llopis
(Universitat Jaume I, Castellón)

Tesorero: Jordi Díaz Ferrero
(Instituto Químico de Sarriá, Universitat Ramon Llull, Barcelona)

Vocales: Núria Fontanals Torroja
(Universitat Rovira i Virgili, Tarragona)
Belén Gómara Moreno
(Instituto de Química Orgánica General, CSIC, Madrid)

José Antonio González Pérez
(IRNAS, CSIC, Sevilla)

Elena Ibáñez Ezequiel
(Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación, CSIC, Madrid)

Begoña Jiménez Luque
(Instituto de Química Orgánica General, CSIC, Madrid)

Marta Lores Aguin
(Universidad de Santiago de Compostela)

José Monge Cónsul
(Agilent Technologies Spain, S.L., Barcelona)

Francisco Javier Moreno Andújar
(Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación, CSIC-UAM)

Miguel Ángel Pérez Alonso
(Bruker Española, S.A.)

José María Sanganis Magraso

El Presidente agradece el trabajo realizado por la Mesa Electoral en el proceso de votación. Así mismo agradece a todos los socios de la SECyTA la participación en estas elecciones. También da las gracias a los miembros salientes de la Junta, Dra. Yolanda Picó y Dra. María José González, por el trabajo realizado durante todos estos años y da la bienvenida a los nuevos componentes de la Junta de Gobierno, la Dra. Núria Fontanals y el Dr. José Antonio González.

En este punto del orden del día y a la vista de que no hay más ruegos y preguntas ni más asuntos que tratar, el Presidente da por finalizada la 17ª Asamblea General de la SECyTA a las 19:10 h. del citado día, de todo lo cual doy fe como Secretario y firmo la presente con el VºBº del Presidente.

Juan Vicente Sancho

NUEVOS SOCIOS DE LA SECyTA

1865
Valverde Bastardo, Silvia
Praves, 2, 1ºD
47006 Valladolid

1866
Margarit Roig, Lourdes
Instituto Químico de Sarriá
Via Augusta, 390
08017 Barcelona

1868
Bellot i Pulido, Marina
Cosme Churruca, 45
08301 Mataró (Barcelona)

1869
van Drooge, Barend Leendert
IDAEA-CSIC
Jordi Girona, 18-26
08034 Barcelona

1871
Schirinzi, Gabriella Francesca
IDAEA-CSIC
Jordi Girona, 18-26
08034 Barcelona

1872
Monllor Alcaraz, Luis Simón
Numancia, 18
08029 Barcelona

1873
López García, Ester
IDAEA-CSIC
Jordi Girona, 18-26
08034 Barcelona

1874
Pastor Belda, Marta
Universidad de Murcia
30100 Espinardo (Murcia)

1875
Guillén Asensio, Juan Carlos
IDAEA-CSIC
Jordi Girona, 18-26
08034 Barcelona

1877
Alonso Alonso, Covadonga
IMDEA Agua
Avenida Punto Com, 2
28805 Alcalá de Henares (Madrid)

1878
López Heras, Maria Isabel
IMDEA Agua
Avenida Punto Com, 2
28805 Alcalá de Henares (Madrid)

1879
Arrizabalaga Larrañaga, Ane
Universidad de Barcelona
Martí i Franqués, 1-11
08028 Barcelona

1880
Santigosa Murillo, Elia
Universitat Autònoma de Barcelona
08290 Bellaterra (Barcelona)

1882
Greño Ocáriz, Maider
Universidad de Alcalá
28871 Alcalá de Henares (Madrid)

1883
García Jares, Carmen
Universidad de Santiago de Compostela
Avda. das Ciencias, s/n
15782 Santiago de Compostela (A Coruña)

1884
Valimaña Traverso, Jesús Manuel
Universidad de Alcalá
28871 Alcalá de Henares (Madrid)

HOMENAJE A SOCIOS DESTACADOS DE LA SECyTA

• JAI (2017)

El pasado 4 de octubre de 2017, durante la cena de gala de las 15^{as} JAI celebrada en el Restaurante Visual, situado en la última planta de la Torre Catalunya de Barcelona, tuvo lugar la entrega de la Medalla de Honor de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines a dos socios en reconocimiento a sus brillantes trayectorias profesionales, a su contribución al desarrollo de las técnicas de separación en nuestro país y a su implicación en nuestra Sociedad.

Los homenajeados fueron:

Dra. María José González Carlos



Doctora en Ciencias Químicas por la Universidad Complutense de Madrid, inició sus trabajos de investigación en 1974 en la antigua U.E.I. de Contaminación Ambiental del Instituto de Química Orgánica General (IQOG) del CSIC. A su vuelta de una estancia en París en el laboratorio del Dr. Guiochon, colaborando con la Dra. Claire Vidal-Madjar, se incorporó al IQOG al lado del Dr. Luis Hernández Saint-Aubin y, desde entonces, su labor científica e investigadora se ha centrado en el desarrollo de métodos de separación, identificación y cuantificación de contaminantes orgánicos persistentes (COP) y nuevos contaminantes emergentes basados en el uso de técnicas cromatográficas acopladas a la espectrometría de masas. A lo largo de su dilatada carrera científica ha publicado numerosos tra-

bajos en revistas de reconocido prestigio pertenecientes a los campos de medio ambiente, química analítica y ciencia y tecnología de los alimentos, y ha dirigido numerosas tesis doctorales, trabajos de licenciatura, tesis de máster, etc., todo ello bajo un mismo nexo común como es el uso de las técnicas cromatográficas. Además de esta dilatada carrera ha formado parte de la Junta de Gobierno del antiguo GCTA como vicepresidenta (1992-2000), Presidenta de la SECyTA (2011-2015) y vocal tanto de la SECyTA como del GCTA en diferentes períodos.

Sr. Juan Solé Ribalta



Juan Solé ha desarrollado su actividad profesional en diferentes empresas relacionadas con el mundo de las técnicas cromatográficas y de espectrometría de masas. Desde sus inicios en la empresa CES Analítica, después en Fisons Instruments, Thermo y finalmente en HiTC, Juan siempre ha mostrado su apoyo y ayuda incondicional en todo momento a todos los que nos dedicamos al uso de las técnicas cromatográficas en España, fomentando su uso y demostrando su complacencia y profesionalidad para que pudiéramos disponer en todo momento de la instrumentación analítica más moderna y adecuada para cubrir nuestras necesidades científicas. Además de su trabajo profesional, Juan ha desempeñado diferentes cargos en la SECyTA, primero como vocal del GCTA (1992-2000) y, posteriormente, como vocal y socio fundador de la SECyTA (2000-2003).

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

Un año más, la revista *The Analytical Scientist* ha publicado su *Power List* de 2017. En el número 1017 de octubre de 2017, han hecho pública la lista correspondiente a este año, denominada en esta ocasión *The Magnificent Scientists*, en donde se recogen los nombres de 100 científicos, agrupados de una manera distinta a las pasadas ediciones, mediante la nominación a 10 categorías diferentes y muy variadas. Para atender a la diversidad de candidaturas propuestas, se ha ampliado el abanico de campos dentro de la química analítica a otras disciplinas que también merecen una consideración similar, más allá de las ciencias de la separación y de la espectrometría de masas. Asimismo, la revista destaca que ha prestado especial atención a numerosos comentarios de aquellos que habían propuesto muchas de las candidaturas.

Este año, y por segundo año consecutivo, es un enorme placer poder contar entre los científicos distinguidos con dos socias de la SECyTA. En concreto, las **Dras. Elena Ibáñez** (CIAL-CSIC) y **Lourdes Ramos** (IQOG-CSIC), miembros destacados de la SECyTA. Ambas investigadoras han sido galardonadas en el apartado de *Public Defenders*, en el que se ha pretendido agrupar a aquellos científicos con una trayectoria destacable en cuanto a la protección del ser humano y del planeta, y que centran su investigación en áreas como el análisis de alimentos, forense o del medio ambiente.

En el enlace de la noticia (<https://theanalyticalscientist.com/power-list/2017/>) se tiene acceso a algún momento de relevancia en sus carreras o de especial satisfacción en el desarrollo de las mismas.

Desde aquí queremos dar a ambas socias de la SECyTA nuestra más sincera enhorabuena por esta merecida distinción.



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



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

IN MEMORIAM: LUIS ESTEBAN



En la madrugada del sábado 28 de noviembre falleció Luis Esteban, socio honorífico de nuestra sociedad, a la edad de 74 años y víctima de una larga enfermedad.

Luis era licenciado en Ciencias Químicas por la Universidad Complutense de Madrid y dedicó su vida profesional al campo de la instrumentación analítica, especialmente al de las técnicas de separación y sus acoplamientos a la Espectrometría de Masas. Desarrolló su actividad profesional en varias empresas del sector de la instrumentación (CR Marés, Konik, Fisons VG y Thermo Fisher Scientific), siendo testigo de excepción, y en muchos casos partícipe, de los múltiples desarrollos instrumentales aparecidos en los últimos años en dichas técnicas.

Su alto nivel del conocimiento de las técnicas instrumentales, unido a su gran capacidad didáctica y a su pasión por la fotografía y el dibujo, le llevó a escribir en 1993 el libro “LA ESPECTROMETRÍA DE MASAS EN IMÁGENES”, libro de referencia para varias generaciones de cromatografistas.

Fue miembro activo del GCTA y, posteriormente, de la SECyTA. Su implicación en nuestra Sociedad le llevó a diseñar un logotipo para el Boletín que ilustró su portada en las ediciones de los años 1987 y 1988.



Quien estuvo trabajando a su lado, sabía que siempre podía contar con su ayuda, tanto a nivel personal como profesional, para configurar y llevar a buen término cualquier propuesta técnica.

Descanse en paz.

IN MEMORIAM: GUILLERMO RAMIS RAMOS



El pasado 5 de junio, en Valencia, nuestro compañero y amigo, Guillermo Ramis Ramos nos dejó para siempre... Hacía un año y medio que le habían diagnosticado un tumor, pero tiempo después de la inter-

vención, se recuperó de nuevo, y regresó a su actividad habitual con la ilusión de compartir su tiempo hasta el final... con nosotros... con sus estudiantes, sus colegas, sus amigos...

Guillermo era buen profesor y buen investigador. Realizó siempre su actividad universitaria con dedicación e interés, preocupándose por actualizar los contenidos de las asignaturas y hacer llegar a sus estudiantes los últimos avances y logros en Química Analítica. Desde el punto de vista científico, Guillermo siempre se preocupó por afrontar nuevos retos y problemas analíticos mediante la propuesta de ideas innovadoras y arriesgadas, traducándose en los numerosos proyectos de investigación concedidos, artículos científicos publicados o tesis doctorales dirigidas. Guillermo era

una persona respetada y querida en toda la comunidad de la “ciencia analítica”, tanto a nivel nacional como internacional. Para los que hemos compartido con él muchas horas de trabajo, era un excelente mentor y compañero, cordial y cercano, pero también muy riguroso. Recordamos con aprecio su amabilidad, y también su exigencia consigo mismo y con sus colaboradores, dejándose llevar en más de una ocasión por el “bolígrafo rojo”...

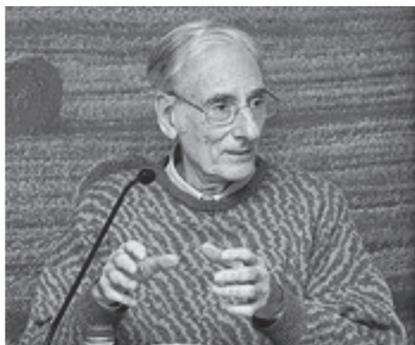
A nivel personal, Guillermo era, ante todo, una persona honesta, muy agradable, entusiasta y con un gran sentido de la responsabilidad. Amaba a su familia y a su trabajo, y además participaba activamente en la vida social y cultural en su localidad de residencia, San

Antonio de Benagéber, donde hacía gala de una de sus pasiones, la música. Guillermo tenía muchos y muy buenos amigos en ámbitos muy distintos, porque él sabía cuidar la amistad y siempre encontraba un hueco cuando alguien lo necesitaba...

Tal vez quedan muchas cosas por decir, pero, Guillermo ha sido un excelente maestro y amigo, y un gran ejemplo para muchos de nosotros, en especial durante estos últimos años, con su actitud valiente, serena y su evidente amor por la vida. Te extrañaremos siempre, donde quieras que estés, maestro.

Ernesto Francisco Simó y José Manuel Herrero

IN MEMORIAM: LLUIS EEK



El pasado 17 de Octubre falleció en Barcelona Lluís Eek. El Dr. Eek fue profesor colaborador del Departamento de Química Analítica de la Universidad de Barcelona en los años 60 y 70 del siglo pasado antes de pasar en el año 1979 a ser catedrático contratado de Química Inorgánica y Análisis en la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de Barcelona, cargo que ocupó durante cinco años. El Dr. Eek compaginó su vinculación a la Universidad con su trabajo profesional en la empresa Grupo Derivados Forestales S.A, donde a partir del año 1962 fue el director del Centro de Investigación e Innovación. Los que hemos tenido la suerte de colaborar con él hemos podido apreciar su calidad humana y profesional que se manifestaba en su sencillez, honestidad y compromiso, valores a cultivar como ejemplo de comportamiento.

Lluís Eek nació en Barcelona en agosto del año 1932 y a los 6 años se trasladó a Suecia de donde prove-

nía su padre y donde realizó sus estudios primarios y parte de los secundarios. Al regreso de la familia a Barcelona en el año 1945, cursó el bachillerato y posteriormente la carrera de Ciencias Químicas, licenciándose el año 1955 y obteniendo el título de doctor en el año 1967. Sus inicios en la investigación científica se enmarcan en el campo de la Química Analítica y están relacionados con las técnicas electroquímicas y, en concreto, en el estudio del comportamiento de complejos de metales con ligandos orgánicos con grupos azo. En esta línea propuso un nuevo método polarográfico para la determinación de constantes de estabilidad de complejos metálicos que ha sido recogido en diversas monografías y libros de texto.

Su interés por la cromatografía proviene de su vinculación como químico con la empresa Derivados Forestales, que en los años 60 se dedicaba a la carbonización de la madera y a la producción de carbón vegetal, metanol, ácido acético y sus ésteres. El control de la calidad de los productos obtenidos le llevó a interesarse por las técnicas de separación y especialmente las cromatográficas. Así, ya a principios de los años 60 utilizaba la cromatografía de gases para el análisis de metanol y fue el impulsor de la adquisición del primer cromatógrafo de gases de la Universidad de Barcelona que se instaló en el Departamento de Química Analítica de la Facultad de Química a principios de los años 60 y que fue de los primeros que se instalaron en España. Ahora bien, en el campo de la cromatografía el Dr. Eek no

mostró únicamente interés en la posible aplicación de la técnica para la resolución de problemas analíticos sino que también se interesó en el estudio de las interacciones físico-químicas que permiten explicar la retención en cromatografía de gases. Así, buena parte de su investigación durante los años 70 estuvo dirigida a estudiar el comportamiento de los polímeros orgánicos utilizados como adsorbentes en cromatografía gas-sólido y como soportes en cromatografía gas-líquido. El estudio de la contribución de los diferentes tipos de interacción, adsorción y partición, en la retención de sustancias orgánicas con diferentes grupos funcionales y su efecto en la forma de los picos cromatográficos fueron los objetivos básicos de sus líneas de trabajo.

El Dr. Eek estuvo directamente implicado en la creación del GCTA, grupo que en el año 2001 devino en la SECyTA. Fue secretario del primer Simposio Nacional de Cromatografía de Gases que se celebró en Barcelona el año 1968 en el que intervinieron entre otros Manolo Dabrio, Miguel Gassiot, Joan Albaigés y Miguel Alberola y en el que ya se empezó a hablar de la conveniencia de crear un grupo o sociedad científica relacionada con la cromatografía capaz de aglutinar el incipiente número de grupos, investigadores y usuarios que estaban trabajando con esta técnica. También fue miembro del comité organizador del 10º International Symposium on Chromatography, el primero de carácter internacional en el que colaboró el grupo recién creado y que se celebró en Barcelona el año 1974. A partir de 1983 cuando dejó la universidad y se dedicó fundamentalmente a su trabajo en la empresa, su vinculación con la SECyTA decreció, pero su interés por las técnicas de separación se mantuvo, especialmente realizando actividades de formación continuada que siguió manteniendo durante años. El fomento de la formación continuada ha sido una constante en su vida profesional y pone de manifiesto una de las características de la personalidad de Lluís Eek que era, su interés en promover el conocimiento de los fundamentos de cualquier actividad científica. En relación con las técnicas cromatográficas, impulsó la introducción de una asignatura de Técnicas de Separación en el plan de estudios de Química de la Facultad de Química de Universidad de Barcelona, la primera en una universidad pública española, además de impartir numerosos cursos de formación para técnicos de empresas químicas en distintos ámbitos como por ejemplo la Escuela de Graduados de la ANQUE y diversas escuelas de formación profesional.

Durante los años que estuvo en la Escuela de Ingenieros Industriales de Barcelona fue el director del Centro de Medio Ambiente de esta escuela, actividad relacionada con su interés por la contaminación ambiental, un aspecto que también destaca en su trabajo profesional con la publicación de patentes sobre reutilización de aguas residuales y recuperación de subproductos. La conjunción de su interés por el medio ambiente y la convicción de que es necesario e imprescindible proporcionar a la sociedad herramientas que le permitan adquirir un cierto criterio para evaluar la información, normalmente sesgada, que aparece sobre ciencia en los medios de comunicación, explica las actividades que Luis Eek ha llevado a cabo en los últimos años. En concreto, ha formado parte de mesas redondas, ha escrito artículos y ha impartido numerosas charlas y conferencias en asociaciones, escuelas, institutos, etc., todas ellas enfocadas a aumentar el conocimiento de la población sobre la ciencia en general y la química en particular.

Lluís Eek ha sido un químico valorado a nivel profesional y si se me permite una anécdota, ayer mismo un colega me comentaba lo apreciada que era entre los profesionales de la química su disposición y efectividad en la solución de problemas de distinto tipo y origen. Esta visión de la profesión, la química y la ciencia como algo inseparable de su manera de ser ha sido una constante en su vida.

Quisiera terminar con sus propias palabras. Dejó un escrito que su familia nos dio a conocer el día de su ceremonia de despedida y del cual os traduzco del catalán, unas breves líneas:

Doy gracias por haber tenido la oportunidad de participar en el maravilloso mundo del saber que intenta entender cada día un poco más, qué somos, como funcionamos y el universo en el que estamos. Por esto pienso que a partir de ahora seguiré formando parte de la naturaleza, aunque de un modo distinto al presencial que he disfrutado hasta ahora. Dado que la energía únicamente se transforma, mi cuerpo dará lugar a varios compuestos gaseosos, óxidos y sales metálicas que de algún modo servirán para formar nuevos seres vivos o sencillamente volverán a la tierra. Es un modo de entender la "resurrección" o la "reencarnación" que intentan explicar diversas ideas religiosas.

M^a Teresa Galcerán



CONGRESOS CELEBRADOS

28th INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON PHARMACEUTICAL AND BIOMEDICAL ANALYSIS (PBA 2017)

This year PBA symposium took place on 2nd to 5th July 2017. The Conference was organized with a great success by the Center of Metabolomics and Bioanalysis (CEMBIO), led by Professor Coral Barbas at San Pablo CEU University in Madrid (Spain).

This was the 30th anniversary since the first edition which was held in September 1987 in Barcelona organized by Professor Emilio Gelpí with a two years gap. Along this time the Conference has addressed different aspects of modern Pharmaceutical and Biomedical Analysis. This edition the main topics included METABOLOMICS and PHARMACEUTICAL INDUSTRY CHALLENGES, including Biopharmaceuticals.

The PBA Conference counted with the participation of 29 invited speakers from all over the world. About 200 attendees from different universities, laboratories, and hospitals met to exchange their experiences and knowledge about the main advances in the field of analytical techniques within the pharmaceutical industry and biomedical laboratories.

On Sunday, the Conference started and the first session was given by Professor Irving Wainer, who talked about novel bioanalytical approaches in the field of neuropsychopharmacology. Later on, Professor Utpal Tatu explained his work in the integration of the omics sciences in the analysis of the sexual stage development in Malaria.

On Monday morning, Professor Elaine Holmes explained her work on the characterization of the xenometabolome, which is a hot topic in the field. After this keynote lecture, two parallel sessions began. On the one hand, Xu Guowang, José Luis Gómez Ariza and Joanna Godzien, talked about their original research work in the metabolomic platforms and their applications in different diseases. On the other hand, Bezhana Chankvetadze, Jacques Crommen and Emmanuelle Lipka, presented three different projects about new methodologies to separate chiral compounds. Following the coffee break, two more

parallel sessions started, the session on metabolomics focused on different tools and strategies to employ in metabolomic data treatment. The presentations were given by Michal Markuszewski, Isabel García-Pérez, Serge Rudaz, Danuta Dudzik and Xiaohui Lin. The other session was about new bioanalysis techniques such as Fourier-transform infrared spectroscopy and ion mobility coupled to mass spectrometry. This was given by Jun Haginaka, Zhengjin Jiang, Robert Wills, Quezia Cass and Natalia Moskaleva. After lunch, a special event consisting of a session where 13 promising YOUNG RESEARCHERS explained their exciting projects was held and different awards were given.

On Tuesday, the day started with two plenary talks about HPLC detection methods. The first one was held by Ulrike Holzgrabe and the next one by Maria Kristina Parr. After coffee break, there were two parallel sessions. In one of them, the session focused on new platforms for drug discovery hosted by Alfonso Espada, Joachim Jose, Jiejun Wu and Emily Armitage. In the other, the topic of the plenary presentation was the role of metabolism in clinical diagnosis and was held by M^a Cruz Moreno, Pilar Marco, Fernando De Andrés and M^a José Campos Molina. Later on, Luigi Colombo presented a debate entitled 'Quality control of biotechnological products: routine or real science?'. The venue continued with three parallel sessions. As young researchers, we found the career development session very interesting because experienced researchers talked about their experience in the science field and what they advised us to do for our future. One of the other presentations was centered in the characterization of biotechnological products by MS. They were shown by Sandra Koen, Gabriela Massolini and Kelly Zhang. The last block of talks was focused on new applications for metabolomics in the field of biomedicine done by Federica Pellati, Marina Tavares and Li Shujuan. Finally, the day ended up with the last two parallel sessions. The first one was about new strategies to detect small molecules by Bernd Diehl and Vladimir Ioffe. The second one was based on applications to monitor drug kinetics. They were presented by Cristina Minguillon and Susana Amézqueta.

The last day of the conference started with another two parallel sessions. One of them was related to new

biomedical instrumentation and was given by Stephan Hann, Enrica Calleri, Marianne Fillet and Isidre Masana. The other one, focused on different applications to evaluate diseases prognosis, was performed by Elzbieta Skrzydlewska, Michal Ciborowski, Marina Naldi and Laura Mercolini. After the coffee break, the last parallel sessions took place. The first one was centered in chemometrics performed by Yulia Monakhova and Sandra Furlanetto, the other one was based on LADME processes by Hai-Bing Zhou and Tung-Hu Tsai. The last lecture of all the conference was held by Professor Neven Zarkovic about oxidative stress.

In addition, the poster sessions took place on Tuesday and Wednesday during coffee breaks.

Agilent Technologies rewarded two best posters: the first to Miguel Fernández and the second to Marta Katarzyna Karazniewics-lad. Lilly company also rewarded the first and second place for the best young research presentation to Balazs Bobaly and Andrea Tedesco, respectively. In summary, the conference was composed of 7 main sessions, 46 parallel sessions and 160 posters.

Last, but not least, social activities promoted a friendly environment necessary for networking and to keep a good memory of these days.

David Obeso Montero

Maricruz Mamani Huanca

CEMBIO, University CEU San Pablo, Madrid

XIX EUROANALYSIS 2017

The XIX Euroanalysis 2017 was celebrated from the 28th August to 1st September in Stockholm (Sweden), one of the most technologically developed cities in the world which blends with the nature of an archipelago composed by more than 30,000 islands. Euroanalysis is an annual meeting that covers all aspects where analytical chemistry plays a role, including fundamental and applied sciences. This year the meeting was hosted by the Analytical Chemistry Division of the Swedish Chemical Society and chaired by Prof. Charlotta Turner and Prof. Jonas Bergquist.

The conference started on Monday afternoon with an opening ceremony where Prof. Klaus Unger (Johannes Gutenberg-Universität, Germany) gave an interesting talk about the history of separation science at the second half of the last century. The welcome finished with a reception in the Stockholm University Aula Magna.

On Tuesday morning, Prof. Luigi Mondello (University of Messina, Italy), who received the Robert Kellner Award 2017, gave the first plenary lecture regarding different approaches of multidimensional chromatographic separations coupled to mass spectrometry. A second plenary lecture was carried out by Prof. Marja-Liisa Riekkola (University of Helsinki, Finland) based on the analysis of atmospheric aerosol particles. Afterwards, the Swedish

Mass Spectrometry Society awarded the Berzelius Gold and Silver Medal 2017 to Prof. Bo Sundqvist (Uppsala University, Sweden) and Prof. Jörg Hanrieder (Göteborg University, Sweden), respectively. After that, the first poster pitch session took place. It was composed by 10 pitches, followed by the poster session. The morning finished with the Editorial session constituted by lectures based on the following topics: (i) Microfluidic biomarker analysis systems, (ii) New polymer materials for miniaturised separations, and (iii) Biomolecular interaction analysis. The afternoon was dedicated to two cycles of four parallel sessions run in different halls about the following principal topics: (i) Separation science, (ii) Mass spectrometry I and II, (iii) Forestry, plants and food analysis, (iv) Capillary techniques, (v) Materials and polymers, and (vi) Education in analytical chemistry I and II.

Program schedule was similar on Wednesday. It started with two plenary lectures carried out by Prof. Stefan Hell (Max Planck Institute for Biophysical Chemistry, Germany) talking about Nanoscopy with focused light, and Prof. Mario Thevis (German Sport University, Germany) with a lecture based on analytical approaches for doping controls. Different talks focused on tip-enhanced raman spectroscopy (by Prof. Renato Zenobi; ETH Zürich, Switzerland), characterization of diesel soot (by Prof. Reinhard Niessner; Technical University of Munich, Germany), native mass spectrometry in structural biology (by Prof. Vicki Wysocki; Ohio State

University Columbus, USA) and amperometric micro biosensors in scanning probe microscopy (by Prof. Christine Kranz; Ulm University, Germany) constituted the Editorial session of this day. Wednesday afternoon, started with four parallel sessions divided into two groups and including different topics such as electroanalysis, imaging, processes analytical chemistry, environmental analysis, NMR and forensic and toxicological analysis. These interesting lectures were given by different recognized professors and also by young emerging scientist.

Thursday 31st August began with two plenary lectures: the first one presented by Prof. Anja Boisen (Technical University of Denmark, Denmark) who talked about a miniaturization of method for simultaneous counting of white blood cells and detection of biomarkers in whole blood, and the second one was done by Prof. Lutgarde Buydens (Radboud University, Netherlands) about the new insights from data gathered by citizens due to the recent development of wearables and sensors. Afterward, a new session of poster pitches was carried out by young researchers followed by the third poster session. In the second part of the morning program, four parallel sessions run at the same time with the following topics: microfluidics, bioanalysis, and chemometrics. During the lunch, ACE offered an excellent seminar about how to develop a method step-by-step in HILIC. To continue, a total of eight parallel sessions divided in two groups were held during the afternoon with the topics of: (i) Supercritical fluids in separa-

tion science, (ii) Pharmaceutical and biopharmaceutical analysis, (iii) Sample preparation, (iv) Sensors and biosensors, (v) Vibrational spectroscopy, (vi) Arts and cultural heritage, (vii) Green analytical chemistry and (viii) Mixed session of different highlights.

The last day of the symposium, started with a plenary lecture offered by Prof. Peter Schoenmakers (University of Amsterdam, Netherlands) about the separation of very complex mixtures by Liquid Chromatography followed by another plenary lecture given by Prof. Francesco Ricci (University of Rome, Italy) who won the Heinrich Emanuel Merck Award for Analytical Chemistry 2017 and talked about DNA-based nanodevices for sensing applications. Then, the last plenary lecture was given by Prof. Lo Gorton (Lund University, Sweden), who won the AC EuCheMS Award 2017, about the analytical tools based on electrochemical communication between enzymes/cells and electrodes. Finally, the posters awards were given by the scientific committee and the symposium ended with a closing ceremony.

Euroanalysis 2017 welcomed a large number of scientists from different fields around the world. This congress was an excellent opportunity to create new collaborations between research groups, to stimulate interdisciplinary discussions and to learn new skills regarding analytical chemistry.

Cipriano Carrero-Carralero (*IQOG, CSIC*) y
Esther Peris (*Universidad de Valencia*)

7th IWA CONFERENCE ON ODOURS AND AIR EMISSIONS

The 7th IWA Conference on Odours and Air Emissions was held in Warsaw (Poland) during 25th-27th September 2017 and it was promoted by the International Water Association (IWA). The IWA conferences are given the opportunity to the industries, researchers and professionals from around the world to meet, exchange experiences and ideas, as well as discuss the main innovations related to air emissions policy, strategic initiatives, technical/commercial innovations and their corresponding impact on air emissions and odour management, thereby including a wide range of different topics in order to give an all-embracing point of view on this issue. The conference

was accommodated in the Centre for Management of Innovation and Transfer of Technology, which is a part of the Faculty of Building Services, Hydro and Environmental Engineering from Warsaw University of Technology.

The first day of the conference started with the warm welcome by the Prof. Jan Szmidt, rector of the Warsaw University of Technology. After that, two plenary sessions; the first one given by Prof. Jacek Koziel from Iowa State University (USA) entitled "Lessons learned from solving livestock odour problem: an American perspective", and the second one presented by Mr. B. Kaszuk from WESTRAND Int. (France) about "The chemical treatment of odours and toxic gases using patented, active molecules". After the

morning tea and during the afternoon, two parallel oral sessions took place. A total of sixteen oral sessions were presented under the topics: “odorants & odour measurement/monitoring”, “field measurements” and “biofiltration & chemical scrubbers”.

To finish the day, the organizers invited all participants to a Warsaw sightseeing tour to their old city center, which ended in a restaurant with typical Polish food to having dinner all together and promoting scientific exchange and friendship building.

The second day, a total of twenty-four oral presentations divided in four topics, such as “odour dispersion modelling and e-noses”, “odour migration strategies and odour management”, “source characterisation and odour mapping” and “sampling, applications of odour measurement and odour treatment”, were presented in two parallel sessions during the morning. All the presentations were defended by post-doctoral students, full professors, PhDs or businessmen. After the afternoon tea break, the poster session was started. Thirteen posters were exhibited and the participants were hanging around while they drank the coffee. The small number of posters made easier the visualization in detail of all the posters and the subsequent discussion of the results with the authors. At evening, all the participants were invited to a social dinner in Primate’s Palace which is now a five stars hotel named Bellotto situated near to the Warsaw old town. The dinner consisted in a buffet with different kind of pol-

ish dishes and to drink typical beers and wines from there. After that, we moved our skeleton in a mini disco in the restaurant itself.

The last day, eight oral communications were presented in two parallel sessions with the topics “community engagement, social and citizen action” and “biofiltration, chemical scrubbers and masking agents”. Then, three plenary sessions were carried out under the topic “air quality and associated regulations”. The first one was entitled “Improvement of interlaboratory evaluation method of olfactometry in Japan” by Dr. Takaya Higuchi from Yamaguchi University. The other was presented by Mr. Michael McGinley from the company St. Croix Sensory (USA) under the title “Odour threshold determination: understanding the assessor response”. The last communication were about “lessons learnt from supporting a community in the environment court – a case study” by Mrs. J. Barclay. These oral presentations gave way to the closing ceremony where awards to the best oral and poster presentations were delivered and future conferences on odours field were announced.

Finally, the next 8th IWA will be in 2019 but the promoters did not say anything about the future place.

Alba Maceira Torrents

(Universitat Rovira i Virgili, Tarragona)

EXTECH2017 - 19TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ADVANCES IN EXTRACTION TECHNOLOGIES

The International Symposium on Advances in Extraction Technologies (ExTech) represents the major conference emphasizing new developments in sample preparation. It is a biannual congress and this year it took place from 27th to 30th of June in the Faculty of Medicine of the University of Santiago de Compostela (Spain). It covered fundamental developments and new technologies in different areas of analytical sciences (preparative, fundamental, and applied science). Furthermore, special attention to environmental topic, food quality, pharmaceutical, personal care product analysis, biomedical applications, omic sciences, and bioanalysis was paid.

The schedule was organized during three-day meeting involving a total of 342 contributions. It was divided into 10 talk sessions containing a plenary lecture, 19 keynote lectures, and 87 oral presentations. Concerning the poster sessions, there were 235 poster communications, presented in 5 sessions during Wednesday and Thursday. Furthermore, out of these 342 contributions, 42 talks and 105 poster communications were presented by young researchers. Additionally, there was an exhibition of the recent developments in analytical instrumentation, chemicals, materials, accessories, and scientific books. Indeed, 7 talks were given by specialists from companies sponsoring the event.

The communications presented in this conference dealt with different aspects of extraction topics (new

extraction phases, new technologies, sample preparation for direct introduction to MS, emerging contaminants and current issues, food control and analysis, forensic analysis, bioanalytical applications, etc.), all leading to the integration and miniaturization of the whole analytical process to facilitate high throughput laboratory and on-site determinations. Therein, researchers had the opportunity to present, share and discuss their latest results with the rest of participants. Several international renowned scientists composed the scientific committee and the meeting was chaired by Dr. María Llompart (University of Santiago de Compostela, Spain), Dr. Thierry Dagnac (INGACALCIAM, A Coruña, Spain), and Dr. Janus Pawliszyn (University of Waterloo, Canada) as honorary chairman.

The ExTech 2017 started on Tuesday evening with registration. Wednesday started with an opening ceremony and the interesting talk given by the honorary chairman, Dr. Janus Pawliszyn, focused on the new developments in sample preparation for environmental applications. Moreover, three sessions were carried out. Session I was mainly focused on extraction and omic sciences. For instance, the speech given by Dr. Alejandro Cifuentes on the obtainment and characterization of bioactive compounds from natural sources by using green pressurized extraction and the employment of foodomics approaches. Besides, two parallel sessions (Session II and Session III) took place. Different talks in Session II were about advances in extraction technologies and sample preparation for direct introduction into MS. Meanwhile, presentations in Session III had a deeply vision on new extraction phases and materials, where Dr. Charlotta Turner could give an interesting talk about the use of compressed carbon dioxide (and the mixture with green organic liquids) as an interesting solvent in extraction and chromatography processes. After lunch, Session II and Session III continued with several talks dedicated to new extraction technologies and materials such as magnetic ionic liquids for microextraction techniques given by Dr. Alberto Chisvert, or metal-organic frameworks as novel sorbents presented by Dr. Verónica Pino. Moreover, sponsor session, with several lectures regarding to new advances in extraction materials, solvents, and techniques for the extraction and analysis of different compounds from different matrices. Parallel to Session II and Session II, Young scientists Session I was carried out. Fourteen oral presentations from young scientists were about various topics, mainly

around the new extraction materials for the detection of specific compounds, or the use of the most recent techniques for the analysis of molecules in different samples such as water, cosmetics, oral fluids, drugs, etc. Poster session of the symposium I, II, III, and IV were carried out at the end of the day. To conclude the day, we could attend for the welcome reception and enjoy a delicious cocktail which took place in Hostal Los Reyes Católicos.

On Thursday, the congress started with four parallel sessions (Sessions IV, V, VI and VII). The Session IV was focused on environmental sampling, passive sampling and time weighted average sampling, while session V was on environmental samples preparation (extraction, concentration and separation techniques). The Session VI and VII were focused on biological samples preparation and forensic analysis, respectively. During the Session IV, Dr. Graham Mills talked about the role of passive samples devices in managing pollution in river catchment and Dr. Kevin C. Jones addressed the passive sampling of organic chemicals, its current status application and future opportunities. In the Session V, Dr. Hian Kee Lee showed the results on the implementation of a fully automated total analytical platform integrating water sampling, sample preparation and gas or liquid chromatography-mass spectrometry. It is worth mentioning that A. Ccancapa presented a talk about simultaneous determination of pyrethroids and pyrethrins by dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) in water and sediment samples. After coffee break, the Session VI took place. Dr. Gangfen Ouyang from the Sun Yat-sen University (China) opened the afternoon lectures giving a talk about solid phase microextraction (SPME) techniques for *in vivo* sampling and analysis. After that, Prof. Zhu (China) showed applications of *in vivo* SPME techniques in plants analysis. The next lecture was presented by Prof. Segundo (Portugal) talking about monolithic columns and analysis of complex samples. Subsequently, Prof. Benavente (Spain) presented on-line solid phase extraction capillary electrophoresis mass spectrometry for high sensitivity analysis of biomolecules. The last presentation was presented by Prof. Herrero-Martínez (Spain) who talked about the preparation and characterization of polymeric monoliths modified with gold nanoparticles for their use in pipette-tip extraction of proteins. In parallel the Session VII, Dr. Almirall (USA) gave a talk about collection and analysis of breath components for marijuana detection using capillary microex-

traction of volatiles (CMV). After that, Dra. Barbara Bojko (Poland) presented SPME as a multipurpose tool for translational medicine and clinical analysis. The next oral presentation was about polysaccharide aerogels as carriers processed by supercritical fluid extraction for life sciences applications presented by Dr. Carlos A. García-González (Spain). Finally, Dr. Krzysztof Gorynski (Poland) showed SPME coupled to high sensitive LC-MS/MS system to analyze prohibited substances in saliva. After lunch break, young scientists' sessions II and III were carried out mainly focused on environmental and food application and biological samples preparation, respectively. In the young scientists Session II, Maria Celeiro (Spain) presented a talk about screening of hazardous substances in football fields of synthetic turf by gas chromatography-mass spectrometry. Afterwards, Emanuela Gionfriddo (Canada) showed inter-laboratory validation of thin film microextraction technique for determination of pesticides in environmental water samples. Subsequently, Rocío Facorro (Spain) talked about simultaneous determination of trace level of 11 widespread fungicides in water by SPME gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry. Additionally, eleven oral communications were presented with participants from Poland, Spain, China, France and Italy. In the parallel Young scientists sessions III, Narea Lorenzo Parodi (Germany) presented hollow fiber-liquid phase Microextraction as sample preparation to determine aromatic amines in human urine. Mau Bonichon (France) showed the development of immunosorbent coupled on-line to immobilize pepsin reactor and microLC/MS² for the analysis of the chemical weapon in human plasma. The next oral presentation was about strategies in 1D and 2D-page electrophoresis for the simultaneous identification of serum proteins and metalloproteins gave by María del Pilar Chantada-Vázquez (Spain). Other eleven talks were presented focused on bioanalytical

and biomedical applications. To conclude this day, after coffee break, there was a young scientist-poster session.

Last day, Friday 30th June, began with the plenary lecture (Session VIII) of Prof. Boguslaw Buszewski (Poland), who talked about the miniaturization in on-line sample preparation for separation techniques. After that, Prof. Manuel Miró (Spain) gave a lecture about automatic sample preparation in bioaccessibility/bioavailability in exposome studies of environmental solids. Other five lectures were presented focused on automated analytical systems, sensors, new devices and techniques. Afterward, the Session IX was focused on food control and analysis, natural products, flavour, and fragrance analysis. Dr. Luigui Mondello (Italy) showed on-line extraction and determination by subcritical fluid extraction-supercritical fluid chromatography-mass spectrometry. Subsequently, Dr. Henryk Jelen (Poland) shared his knowledge about different strategies for headspace extraction of volatile phenols in beer. The Session X addressed ionic liquids in sample preparation. Prof. Anderson (USA) discussed the magnetic ionic liquids as extraction and preservation solvent for nucleic acid sample preparation. After that, Prof. Guzmán-Bernardo spoke about magnetic nanocellulose coated with ionic liquid as a valuable magnetic solid phase extraction sorbent for the monitoring of drugs as emerging pollutant in natural waters.

The ExTech 2017 concluded with the closing ceremony where all the participants were invited to next ExTech 2018 that will be held in Iowa (USA).

Romy Vázquez Villanueva
(*University of Alcalá, Madrid*)
Alexander Ccancapa Cartagena
(*University of Valencia*)

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **HTC-15: 15th International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Separation Technology**
24-26 Enero de 2018. Cardiff (Reino Unido)

Chair: **Professor John Langley**
<https://www.ilmexhibitions.com/htc/>
2. **MSB 2018: 34th International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis**
18-21 Febrero de 2018. Río de Janeiro (Brasil)

Symposium chairs: **Marina F.M. Tavares y Emanuel Carrilho**
<http://www.msb2018.org/>
3. **SETAC Europe 2018: 28th Annual Meeting**
13-17 Mayo de 2018. Roma (Italia)

setaceu@setac.org
<https://rome.setac.org/>
4. **42nd International Symposium on Capillary Chromatography and 15th GCxGC Symposium**
13-18 Mayo de 2018. Riva del Garda (Italia)

Chairmen: **Luigi Mondello (ISCC) y Philip Marriott (GCxGC)**.
<http://iscc42.chromaleont.it/slider.html>
meeting@rivafc.it
5. **Macrowine 2018**
28-31 Mayo de 2018. Zaragoza (España)

Organizador: **Vicente Ferreira**
<http://www.macrowine2018.com/>
macrowine2018@gmail.com
6. **BIOSENSORS 2018: 28th Anniversary World Congress on Biosensors**
12-15 Junio de 2018. Miami, Florida (EE.UU.)

Chairmen: **Anthony P.F. Turner y Frances Ligler**
<https://www.elsevier.com/events/conferences/world-congress-on-biosensors/about>
7. **ISEAC 40: 40th International Conference on Environmental & Food Monitoring**
19-22 Junio de 2018. Santiago de Compostela (España)

Chairs: **José Benito y Cristina Nerín**
<http://www.iseac40.es/>
info@iseac40.es
8. **METABOLOMICS 2018: 14th International Conference of the Metabolomics Society**
24-28 Junio de 2018. Seattle, Washington (EE.UU.)

<http://metabolomics2018.org/>
9. **PREP 2018: 31st International Symposium on Preparative and Process Chromatography**
8-11 Julio de 2018. Baltimore, Maryland (EE.UU.)

<http://www.prepsymposium.org/>
janet@barrconferences.com
10. **HPLC 2018: 47th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**
29 Julio-2 Agosto de 2018. Washington D.C. (EE.UU.)

Chair: **Norman Dovichi**
Secretaría: Ms. Janet Cunningham
janetbarr@barrconferences.com
<http://www.hplc2018.org/>
11. **DIOXIN 2018: 38th International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants (POPs) & 10th International PCB Workshop**
26-31 Agosto de 2018. Krakovia (Polonia)

Chairs: **Jerzy Falandysz y Larry Robertson**
<http://dioxin2018.org/>
kf@agh.edu.pl
12. **ISC 2018: 32nd International Symposium on Chromatography**
23-27 Septiembre de 2018. Cannes-Mandelieu (Francia)

Chairpersons: **Didier Thiébaud, Valérie Pichon, Jean-Luc Veuthey**
info@isc2018.fr
<http://isc2018.fr>
13. **μTAS 2018: 42nd International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences**
11-15 Noviembre de 2018. Kaohsiung (Taiwan)

www.cbmsociety.org/MicroTAS2018
info@microtas2016.org



NUEVAS TESIS DOCTORALES



“Development of advanced analytical methods for the analysis of food complex matrices by comprehensive two-dimensional liquid chromatography coupled to mass spectrometry (LC × LC-MS).”

Autora: **Lidia Montero García**

Directores: Elena Ibáñez Ezequiel y Miguel Herrero

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

14 de julio de 2017

Resumen:

La cromatografía de líquidos multidimensional agrupa técnicas de separación muy poderosas que proporcionan altos valores de capacidad de pico comparadas con las técnicas analíticas unidimensionales convencionales. El uso de técnicas multidimensionales acopladas a espectrometría de masas para aplicaciones alimentarias está ganando una gran importancia debido al elevado potencial de separación e identificación que son capaces de proporcionar en el análisis de muestras que presentan cientos, o incluso miles, de compuestos.

En el trabajo realizado se demostró el enorme poder de separación de la cromatografía de líquidos bidimensional completa (LC × LC) para el análisis de mezclas naturales muy complejas procedentes de diferentes fuentes alimentarias. En particular, se presentó el estudio de tres principales grupos de metabolitos secundarios presentes en siete muestras alimentarias derivadas de plantas y algas: proantocianidinas, florotaninos y saponinas triterpénicas. Estos tres grupos tienen en común su gran complejidad estructural debido a la naturaleza polimérica de las proantocianidinas y los florotaninos, así como a la enorme variabilidad de isómeros y estructuras estrechamente relacionadas de las saponinas triterpénicas. Para cada una de las muestras se desarrolló un método LC × LC diferente basado en el acoplamiento ortogonal HILIC × RP, obteniéndose una mejora significativa en la separación de los complejos compuestos estudiados que permitió caracterizar el perfil de metabolitos secundarios de cada una de las muestras, así como la identificación en alguna de ellas de nuevos compuestos no descritos previamente.

Así mismo, el desarrollo de métodos basados en LC × LC para la caracterización química exhaustiva de estos interesantes compuestos ayudó a determinar la composición nativa de las muestras alimentarias estudiadas, considerando que se redujeron los procesos de preparación de la muestra para su análisis. De esta manera, ha sido posible demostrar la gran utilidad de esta técnica para correlacionar la composición química de la muestra con sus potenciales propiedades biológicas.

En conclusión, los resultados obtenidos en esta Tesis Doctoral contribuyen a apoyar con nuevos datos y aplicaciones el uso de LC × LC como una técnica analítica prometedora en el campo del análisis de alimentos.



“Development of analytical methodologies for the determination of compounds with oestrogenic activity”

Autora: **Bárbara Socas Rodríguez**

Directores: Miguel Ángel Rodríguez Delgado y Javier Hernández Borges

Area de Química Analítica. Departamento de Química.

Universidad de La Laguna (ULL)

14 de julio de 2017

Resumen:

En esta Tesis Doctoral se han desarrollado distintas metodologías analíticas respetuosas con el medio ambiente para el análisis de un amplio grupo de compuestos con actividad estrogénica (estrógenos naturales, sintéticos, mico y fitoestrógenos) en muestras medioambientales y alimentarias de distinta naturaleza. Para ello se han aplicado diferentes técnicas de extracción incluyendo la microextracción en fase líquida con fibra hueca, la microextracción líquido-líquido dispersiva utilizando líquidos iónicos, el método QuEChERS y la extracción en fase sólida micro-dispersiva magnética y no magnética utilizando distintos nanomateriales. Estos procedimientos han sido combinados con diferentes sistemas de cromatografía líquida tales como la cromatografía líquida de alta eficacia y la cromatografía líquida de ultra-alta eficacia para la separación y determinación de los analitos de interés utilizando detectores de diodos en serie, fluorescencia y de espectrometría de masas.



EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- **AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.**
Parque Empresarial Alvia
José Echegaray, 8. Edif. 3, Planta 1ª
28232 LAS ROZAS (Madrid)
- **BRUKER ESPAÑOLA, S.A.**
Avda. Marie Curie, 5, Edificio Alfa - Pta. Baja
Parque Empresarial Rivas Futura
28529 RIVAS-VACIAMADRID
(Madrid)
- **MERCK CHEMICALS AND LIFE SCIENCE S.A.U.**
Avenida de Burgos, 114
28050 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 VALLÉS
(Barcelona)
- **THERMO FISHER SCIENTIFIC**
Avda. de la Vega, 1
Edificio 1 Planta 4
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.**
Ronda Can Fatjó, 7-A
Parc Tecnologic del Vallés
08290 CERDANYOLA DEL VALLES
(Barcelona)

ASOCIADAS

- **BIOTECH AB**
Råövågen 300
439 92 ONSALA
(Sweden)
- **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)
- **SERVICIO Y MANTENIMIENTO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS, S.A.L. (SYMTA, S.A.L.)**
San Máximo, 31
28041 MADRID
- **S. E. DE CARBUROS METÁLICOS S.A.**
Avda. de la Fama, 1
08940 CORNELLÀ DE LLOBREGAT
(Barcelona)
oferta@carburos.com
- **SUGELABOR**
Sicilia, 36
28038 MADRID

NOTAS TÉCNICAS



DETECCIÓN DE TRAZAS DE GLIFOSATO EN MUESTRAS DE AGUA Y CERVEZA

André Schreiber¹, Wen Jin¹, and Paul Winkler²

¹SCIEX Concord, Ontario (Canada) and ²SCIEX Redwood City, California (USA)

Resumen

En el presente trabajo se muestran los resultados de la aplicación de la LC-MS/MS para la identificación y cuantificación de glifosato no derivatizado y su metabolito AMPA en muestras de agua y cerveza. La sensibilidad mejorada del sistema SCIEX QTRAP® 6500+ LC-MS/MS y la inyección directa de 50 µL proporciona LOQs para ambos compuestos de 100 ng/L en aguas y 200 ng/L en cervezas. Las muestras de cerveza fueron desgasificadas, diluidas 1 a 1 con agua e inyectadas directamente. Se observa una excelente repetibilidad y linealidad. También se consigue un alto grado de seguridad en la identificación mediante la monitorización de 4 MRM por compuesto.

Introducción

El glifosato es un herbicida sistémico y un desecante de cultivo ampliamente utilizado. Aunque se ha considerado como seguro y no tóxico para humanos¹⁻³, desde que la International Agency for Research on Cancer (IARC) lo clasificó como carcinogénico probable en humanos, ha recibido un grado alto de atención.⁴

Se han encontrado trazas de glifosato en aguas superficiales, alimentos (p.e., pan, cereales y cerveza) y también en muestras de orina y leche materna.⁵⁻⁹ El glifosato puede ser analizado mediante métodos ELISA, relativamente rápidos y sencillos de usar. Sin embargo, los tests ELISA están limitados en cuanto a su selectividad y son susceptibles de producir reactividades cruzadas, proporcionando falsos resultados positivos o negativos.

Al ser un compuesto tan polar, se suele derivatizar con FMOC para ser analizado mediante LC. Las etapas de derivatización complican el método y se necesita emplear métodos sin derivatización. Se han usado colum-

nas de intercambio aniónico, HILIC, carbón grafitizado poroso para la determinación de los compuestos no derivatizados y detección por MSMS con éxito limitado.^{7,10-12}

Aquí se usa un método de LC con columna de modo mixto y una fase móvil a pH 2,9. Se consiguen LOQ de 100 ng/L en agua y de 200 ng/L en cerveza, inyectando grandes volúmenes (50 µL) y un sistema de alta sensibilidad como el SCIEX QTRAP® 6500+.

Parte Experimental

Muestras

- Agua del grifo del laboratorio (Concord, Ontario, Canadá)
- Muestras adquiridas en un almacén del Liquor Control Board de Ontario
- Una cerveza ale artesana fabricada con agua del grifo de Toronto y malteado de cebada de Alemania. Desgasificada y diluida 2x con agua grado LC

Separación LC

- UHPLC ExionLC™ AD
- Columna: Acclaim Trinity Q1 (100 x 3 mm, 3 µm)
- Gradiente de agua + 50 mM formiato amónico/ácido fórmico (pH=2,9) y acetonitrilo
- Inyección de 50 µL

Detección MS/MS

- SCIEX QTRAP® 6500+ y fuente ESI IonDrive Turbo V™
- Polaridad negativa
- Multiple Reaction Monitoring (MRM) de 4 transiciones por analito (Tabla 1) y Scheduled MRM™
- Adquisición mediante Analyst® 1.6.3
- Procesado con MultiQuant™ 3.0.2

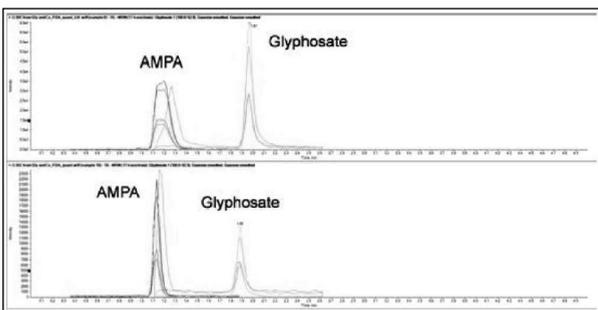
Tabla 1. MRM para la detección de glifosato y AMPA

Step	Q1	Q3	DP (V)	CE (V)
Glyphosate	168	63	-30	-26
	168	150	-30	-14
	168	124	-30	-16
	168	81	-30	-20
AMPA	110	63	-15	-26
	110	79	-15	-36
	110	81	-15	-16
	110	80	-15	-24

Resultados y discusión

En los cromatogramas de la figura 1 se puede observar el incremento de sensibilidad en un factor de 5 que significa utilizar un volumen de inyección de 50 µL en lugar de 10 µL. También se observa un ligero aumento de la anchura del pico del AMPA, al ser el más polar.

Figura 1. Cromatogramas MRM de 10 ng/mL de AMPA y glifosato (arriba 10 µL y abajo 50 µL inyectados)



El LOQ se calculó por análisis repetido de agua (testada inicialmente para que no contuviera glifosato y AMPA) dopada con estándares a nivel bajo. Las figuras 2a y 2b muestran los 4 MRM de cada compuesto a una concentración de 100 ng/L.

Figura 2a. 100 ng/L glifosato dopado en agua (%CV de 3,32%, n= 5)

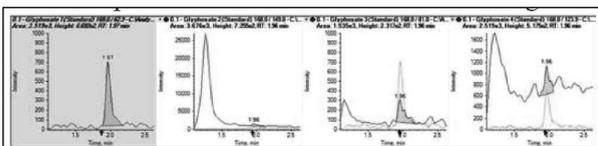
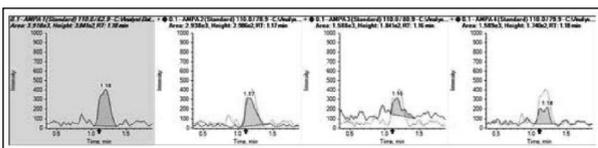


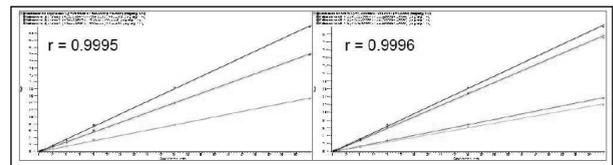
Figura 2b. 100 ng/L AMPA dopado en agua del grifo (%CV de 11,4%, n= 5)



La linealidad para la cuantificación resultó excelente con una “r” mejor que 0,999 y se evaluó en el rango de 100 ng/L a 100 µg/L.

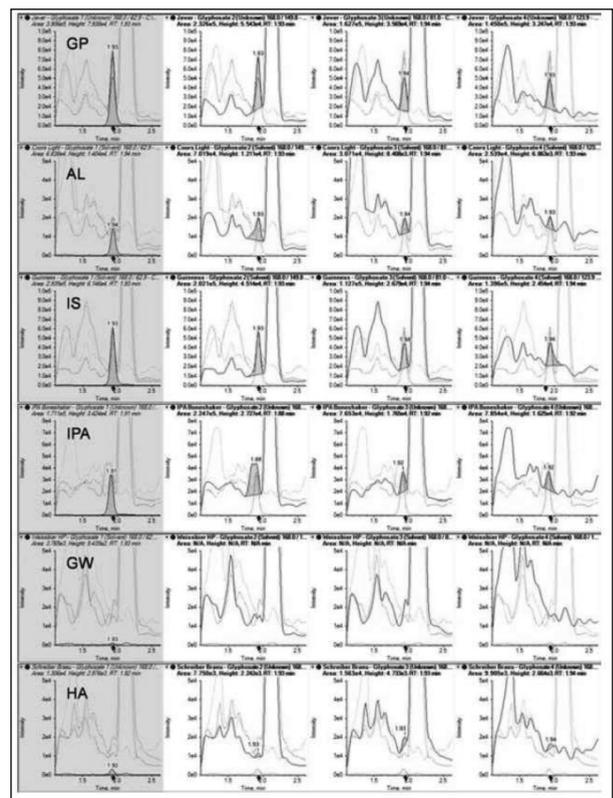
En la figura 3 se muestran los valores de precisión obtenidos (entre 80% y 120% para todos los niveles de concentración).

Figura 3. Linealidad del glifosato (izquierda) y AMPA (derecha) para 100 ng/L a 100 µg/L



Después de aplicar el nuevo método de LC-MS/MS para el análisis de glifosato y AMPA en cervezas comerciales y una cerveza artesana, se observa que el glifosato es detectado frecuentemente (Figura 4). En cambio, AMPA no fue detectado en ninguna de las muestras.

Figura 4. Contenidos en glifosato en diferentes cervezas: German Pilsner (GP) 21,6 µg/L, American Light beer (AL) 3,8, Irish stout (IS) 16,2, Canadian craft India Pale Ale (IPA) 9,5, German Weissbier (GW) 0,2; y una cerveza artesana Ale (HA) 0,7 µg/L



Los resultados obtenidos se muestran en Tabla 2.

Tabla 2. Concentraciones de glifosato en 40 cervezas diferentes, comparadas con datos reportados anteriormente⁹

Beer	Glyphosate (µg/L)	Previously reported ⁹	Beer	Glyphosate (µg/L)	Previously reported ⁹
American IPA	2.72		Canadian IPA (14)	2.31	
American Light (1)	3.56		Canadian Stout	9.84	
American Light (2)	1.55		Czech Pilsner (1)	13.96	
American Light (3)	1.13		Czech Pilsner (2)	6.18	
American Light (4)	0.69		Czech Pilsner (3)	6.15	
American Light (5)	0.22		Czech Pilsner (4)	3.95	
Canadian Ale (1)	9.99		German Pilsner (1)		29.74
Canadian Ale (2)	7.54		German Pilsner (2)	23.78	23.04
Canadian Bock (1)	6.52		German Pilsner (3)	7.21	20.73
Canadian Bock (2)	4.21		German Pilsner (4)	6.77	12.01
Canadian IPA (1)	15.71		German Pilsner (5)	4.98	
Canadian IPA (2)	14.93		German Pilsner (6)	3.41	0.50
Canadian IPA (3)	13.97		German Pilsner (7)	2.78	
Canadian IPA (4)	10.63		German Pilsner (8)	0.87	2.99
Canadian IPA (5)	10.48		German Pilsner (9)	0.76	0.55
Canadian IPA (6)	9.48		German Pilsner (9)	0.27	
Canadian IPA (7)	7.10		German Pilsner (9)		5.78
Canadian IPA (8)	6.97		German Pilsner (9)		3.86
Canadian IPA (9)	6.83		German Pilsner (9)		3.35
Canadian IPA (10)	5.61		German Weissbier (1)	0.75	
Canadian IPA (11)	5.14		German Weissbier (2)		2.92
Canadian IPA (12)	5.09		German Weissbier (3)		0.66
Canadian IPA (13)	3.06		German Weissbier (4)		0.49
			Home-made Ale	18.65	
			Irish Stout	13.96	

Los resultados obtenidos se correlacionan perfectamente con los reportados anteriormente por el Environmental Institute (Umweltinstitut München, Germany), lo cual es sorprendente si se considera que las muestras fueron adquiridas en diferentes almacenes y diferentes fechas.

Las concentraciones de glifosato en cerveza obtenidas se encuentran entre 0,22 y 23,78 µg/L. No se observa una correlación entre la concentración de glifosato y el origen o estilo de la cerveza. Sin embargo, las cervezas fabricadas con arroz (típicas de las cervezas American Light) o trigo (German Weissbier) tienen tendencia a contener bajos niveles de glifosato.

Estos resultados soportan la hipótesis de que el glifosato puede ser originado por el malteado con cebada y no por otros ingredientes como el agua, lúpulo o almidón.

Sumario

En el presente estudio se muestran los resultados analíticos de glifosato no derivatizado y su metabolito AMPA en muestras de agua y de cerveza utilizando LC-MS/MS.

El método, que usa un Sistema SCIEX QTRAP® 6500+ e inyección directa de 50 µL, proporciona una excelente sensibilidad, repetibilidad y linealidad. Las muestras de agua se inyectan directamente resultando en un LOQ de 100 ng/L y las muestras de cerveza se inyectan tras un desgasificado y una dilución con un LOQ de 200 ng/L.

Se consigue, asimismo, una alta confianza en la identificación mediante la monitorización de 4 MRM para cada uno de los compuestos.

Se han analizado 40 muestras de cerveza con contenidos de glifosato comprendidos entre 0,22 y 23,78 µg/L.

Los resultados se correlacionan muy bien con estudios previos.

Referencias

1. European Food Safety Authority (EFSA): 'Conclusion on the peer review of the pesticide risk assessment of the active substance glyphosate' EFSA Journal 13 (2015)
2. <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/pub/4302>
3. <https://www.epa.gov/ingredients-used-pesticide-products/glyphosate>
4. International Agency for Research on Cancer (IARC): 'Evaluation of five organophosphate insecticides and herbicides' IARC Monographs 112 (2015)
5. W. A. Battaglin et al.: 'Glyphosate, other herbicides, and transformation products in Midwestern streams, 2002' Journal of the American Water Resources Association (JAWRA) 4 (2005) 323-332
6. M. Krüger et al.: 'Detection of Glyphosate Residues in Animals and Humans' J Environ Anal Toxicol 4 (2014) 1-5
7. N. Chamkasem et al.: 'Direct Determination of Glyphosate, Glufosinate, and AMPA in milk by Liquid chromatography/tandem mass spectrometry' Journal of Regulatory Science 02 (2015) 20-26
8. http://www.momsacrossamerica.com/glyphosate_testing_results
9. <http://www.umweltinstitut.org/aktuellemeldungen/meldungen/umweltinstitut-findet-glyphosat-indeutschem-bier.html>
10. J. Dahlmann et al.: 'Direct injection detection using LC/MS/MS: Analysis of dissociated organo-phosphorus pesticides' CLB Chemie in Labor und Biotechnik 57 (2005) 356-359
11. A. Vass et al.: 'Study of different HILIC, mixed-mode, and other aqueous normal-phase approaches for the liquid chromatography mass spectrometry-based determination of challenging polar pesticides' Anal. Bioanal. Chem. 408 (2016) 4857-4869
12. M. Anastassiades et al.: 'Quick Method for the Analysis of numerous Highly Polar Pesticides in Foods of Plant Origin via LC-MS/MS involving Simultaneous Extraction with Methanol' version 9 (2016)

Thermo SCIENTIFIC

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

D. Fco. Javier Rodríguez

Especialista de ventas en cromatografía, Thermo Fisher Scientific

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

adquisición para cada compuesto. La espectrometría de masas de alta resolución en modo full scan, empleando la tecnología Orbitrap, proporciona la solución a:

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

Hasta ahora, la tecnología de espectrometría de masas de alta resolución Orbitrap sólo ha estado disponible con LC y ha demostrado ser una técnica de un alto valor analítico. La tecnología de espectrometría de masas Orbitrap ha sido ahora acoplada a GC en el nuevo sistema Q Exactive™GC, el cual es un híbrido de cuadrupolo con analizador Orbitrap. La nueva configuración de sobremesa de un espectrómetro de masas híbrido cuadrupolo-Orbitrap abre nuevas posibilidades para los compuestos que son analizables por GC. Los siguientes ejemplos resaltan los beneficios de la MS de alta resolución acoplada a GC.

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

Los experimentos de masa exacta en alta resolución (HR/AM) típicamente comprenden el análisis en modo full scan de una muestra, y para el análisis de moléculas peque-

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

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

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

Manteniendo la sensibilidad en alta resolución

Con otros tipos de tecnologías GC-MS, el incremento de la resolución de masa resulta en una disminución de la transmisión de los iones por el analizador. Consecuentemente, la sensibilidad de las medidas puede verse afectada. Para una cuantificación y screening de compuestos a bajas concentraciones en matrices complejas, es esencial mantener la sensibilidad del instrumento mientras se trabaja a un alto poder de resolución. En la Figura 1, se demostró la necesidad de una alta resolución. Es esencial también mantener la sensibilidad a los modos de alta resolución de 60K y 120K. El sistema Q Exactive GC no pierde intensidad de

señal al incrementar la resolución del modo que sí ocurre en otros tipos de espectrómetros de masas. En la Figura 2 se muestra un ejemplo de tres pesticidas (chlorbenzilate, fipronil y pendimethalin) y las respuestas correspondientes a las áreas de pico a una concentración de 10 ng/g en extractos QuEChERS de zanahoria en acetonitrilo. Los extractos se analizaron en los modos de resolución 15, 60 y 120K en full scan. Las áreas absolutas de pico se mantuvieron en los distintos modos de resolución. Esta consistencia proporciona la resolución de masa superior necesaria para obtener una excelente exactitud de masa sin sacrificar la sensibilidad.

Alta resolución para la identificación de compuestos desconocidos

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

Se emplearon diferentes tolerancias de masa desde 0,5 a 10 ppm para sugerir la posible fórmula. El número de hits aparece en la Figura 3. Como era de esperar, a mayor tolerancia, mayor es el número de posibles fórmulas propuestas. Por ejemplo, a 10 ppm, se proponen 60 posibles hits. Incluso a una tolerancia relativamente baja de 3 ppm, 20 fórmulas elementales se ajustan al criterio seleccionado.

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

Conclusiones

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

La resolución de masas de al menos 60.000 FWHM (a m/z 200) es necesaria de modo rutinario para resolver todos

los compuestos de los iones interferentes de la matriz o de iones de masa similar. Esta resolución es esencial para la identificación con confianza de nuestros compuestos.

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

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

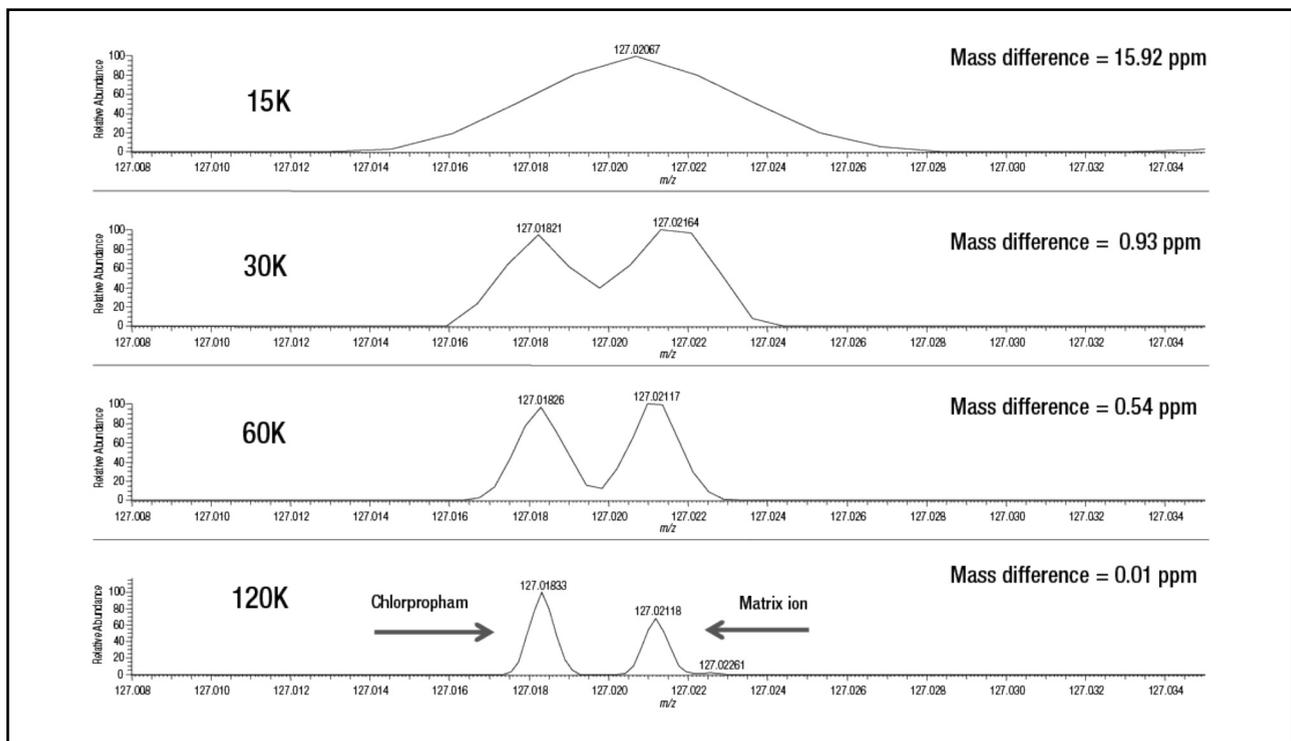


Figura 1. Efecto del poder de resolución en la exactitud de masa de un analito en una matriz. Los perfiles de masa del chlorpropham a 10 ng/g en puerro son adquiridos a resolución 15K, 30K, 60K y 120K. La interferencia de matriz a 15K y a 30K produce una diferencia de masa más alta de la esperada. El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

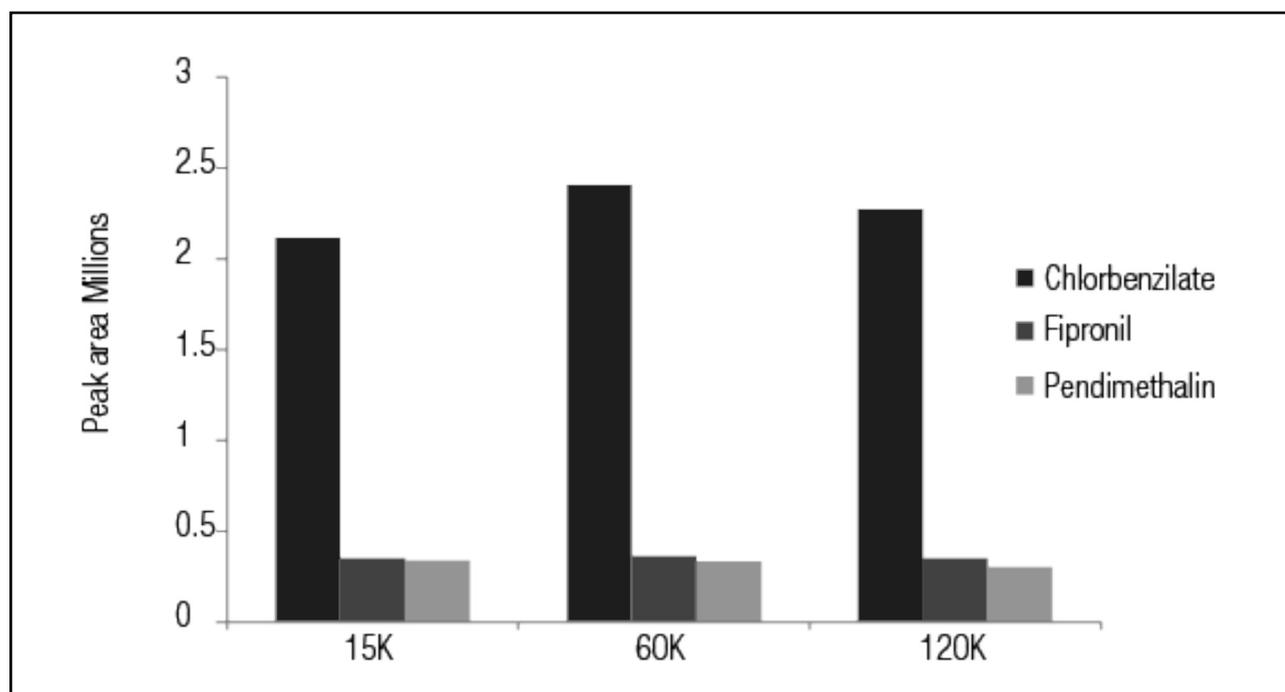


Figura 2. Chlorbenzilate, fipronil y pendimethalin en un extracto QhEChERS de zanahoria a una concentración de 10 ng/g mostrando las respuestas de área de pico obtenidas a resolución 15, 60 y 120K FWHM (m/z 200). La sensibilidad se mantiene a lo largo de los distintos modos de resolución, tanto para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

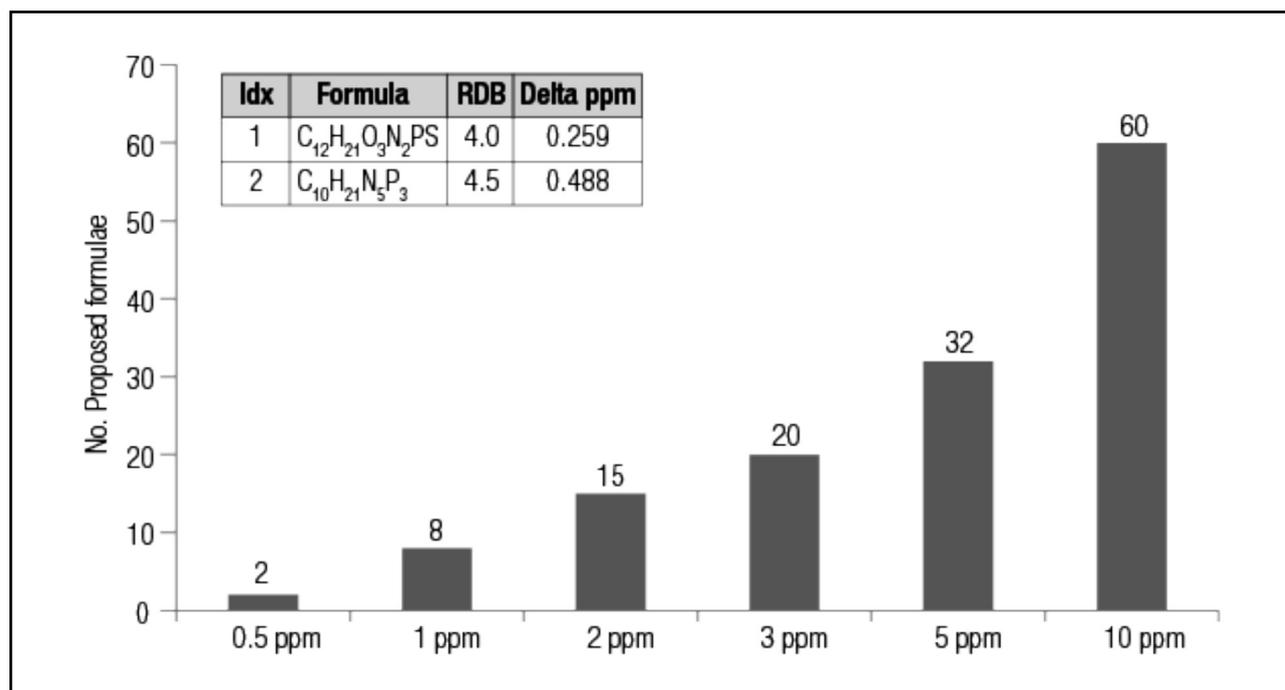


Figura 3. Número de composiciones elementales sugeridas para la m/z 304.10058 con diferentes tolerancias de masa aplicadas. Arriba se muestra los dos hits obtenidos a 0,5 ppm.

ANÁLISIS Y EVALUACIÓN DE COMPUESTOS QUIRALES EN MUESTRAS BIOLÓGICAS USANDO EL SISTEMA DE SHIMADZU NEXERA UC-MS/MS

La optimización de la separación quiral, usando cromatografía de fluido supercrítico (SFC), comienza con el estudio para encontrar la columna y la fase móvil apropiadas para la separación. Este artículo presenta un ejemplo de la selectividad y sensibilidad de un fármaco monitorizado en una muestra biológica y la evaluación de los resultados del método de análisis utilizando SFC-MS/MS de Shimadzu.

Análisis de omeprazol en una muestra de plasma

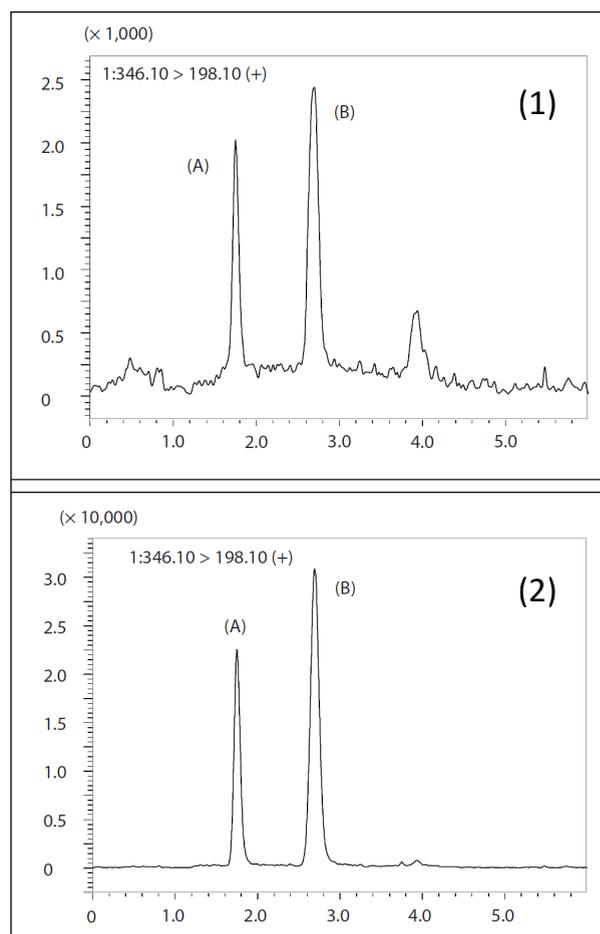
La aplicabilidad de la tecnología SFC a la matriz de plasma humano se ha evaluado tomando como ejemplo el fármaco enantiomérico omeprazol, conocido como inhibidor de la bomba de protones. En la Tabla 1 se encuentran las condiciones analíticas. Se utilizó la columna CHIRALPAK® IC-3 (Daicel Company) y la detección se realizó utilizando el espectrómetro de masas de triple cuadrupolo LCMS-8050.

Tabla 1. Analytical Conditions

Column	CHIRALPACK®, IC-3 (100 mm L. x 3.0 mm I.D., 3 µm)
Mobile phase	A) Super critical fluid of CO ₂ B) Modifier: Methanol A/B = 5/1 (v/v for omeprazole, isocratic) = 4/1 (v/v for rabeprazole, isocratic)
Flow rate	3 mL/min
Column temp.	40°C
Injection volume	3 µL
BPR pressure	10 MPa
BPR temp.	50°C
Detector	LCMS-8050 (ESI, MRM mode)
Make-up	Methanol
Make-up flow rate	0.1 mL/min
MRM	(+) <i>m/z</i> 346.1 > 198.1 (for omeprazole) (+) <i>m/z</i> 359.9 > 150.1 (for rabeprazole)

La curva de calibración se creó en base al plasma humano con los siguientes contenidos de omeprazol: 1, 2, 10, 20 y 100 µg/L. La Fig. 1 muestra los cromatogramas MRM para 2 µg/L (1) y 20 µg/L (2), respectivamente. Los picos correspondientes son: (A) es el isómero de elución rápida y (B) es el isómero de elución lenta. La linealidad (r^2) obtenida fue de 0,99996 para el omeprazol (A) y 0,99998 para el omeprazol (B).

Figura 1. Omeprazole added to human plasma (1) 2 µg/L (2) 20 µg/L.



La repetibilidad de los valores de área a 2 µg/L con cinco repeticiones fue favorable, con valores de RSD del 4,4% para ambos, tanto el omeprazol (A) como el (B). A 10 µg/L, las tasas de recuperación calculadas a partir de los resultados del análisis de la solución madre fueron 101,1% y 100,5% respectivamente.

Análisis de rabeprazol en una muestra de plasma

El rabeprazol, conocido como un inhibidor de la secreción de ácido gástrico, tiene una estructura química similar a la del omeprazol, lo que posibilita la separación quiral bajo condiciones analíticas similares, incluyendo la misma columna analítica. Se intentó analizar rabeprazol en un plasma basado en las condiciones analíticas utilizadas para el omeprazol debido a su similitud estructural. Como se muestra en la Tabla 1, el análisis se realizó simplemente cambiando la concentración del modificador y los ajustes de MRM.

Figura 3. Rabeprazole added to human plasma (1) 3 µg/L (2) 30 µg/L.

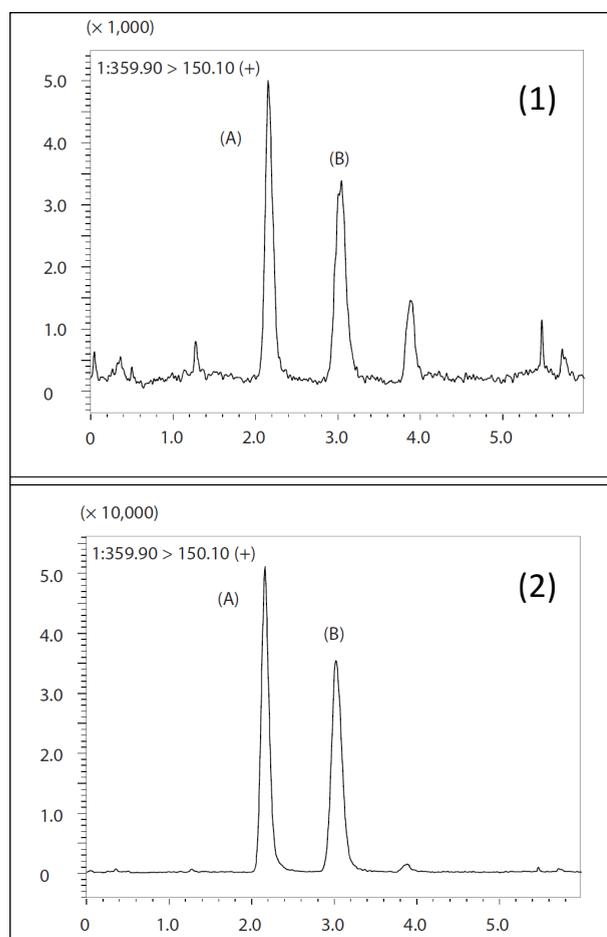


Tabla 2. Evaluation Results

	Linearity (r^2)	Area Repeatability (%RSD)	Recovery Rate (%) (4)
Omeprazole (A)	0.99996 (1)	4.4 (3)	101.1
Omeprazole (B)	0.99998 (1)	4.4 (3)	100.5
Rabeprazole (A)	0.99996 (2)	1.8 (4)	102.5
Rabeprazole (B)	0.99999 (2)	2.4 (4)	100.1

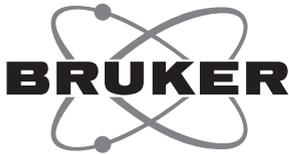
(1) 1 to 100 µg/L, (2) 0.3 to 300 µg/L, (3) 2 µg/L, (4) 10 µg/L

La curva de calibración se realizó con plasma humano que contenía 0, 3, 1, 3, 10 y 30 µg/L de rabeprazol. La Fig. 2 muestra los cromatogramas MRM para 3 µg/L y 30 µg/L, respectivamente. Como en la figura 1, (A) es el isómero de elución rápida y (B) es el isómero de elución lenta. La linealidad (r^2) obtenida fue de 0,99996 para rabeprazol (A) y 0,99999 para rabeprazol (B).

La repetibilidad de los valores del área a 10 µg/L obtenidos con cinco repeticiones fue favorable con valores de RSD de 1,8% y 2,4% para el rabeprazol (A) y (B), respectivamente. Las tasas de recuperación calculadas a partir de los resultados de los análisis fueron de 102,5% y 100,1% respectivamente. La Tabla 2 resume la linealidad, la repetibilidad del área de pico y la tasa de recuperación para cada compuesto. Estos resultados demuestran la aplicabilidad de este método para el análisis de rutina de muestras de plasma.

Izasascientific.com

Contacto:
902 120 489
izasaCEcrom@izasascientific.com



BRUKER ESTABLECE UN NUEVO ESTÁNDAR DE PRESTACIONES EN PROTEÓMICA PASEF & timsTOF™.

La nueva tecnología **tims**, “trampa de movilidad iónica”, junto con el novedoso método de fragmentación **PASEF**, “Acumulación Paralela y Fragmentación en Serie”, ofrece una nueva dimensión en la identificación y caracterización de mezclas complejas acoplada al QTOF de ultra alta resolución **timsTOF Pro**, que está llamado a establecer un nuevo estándar en identificación y proteómica.



En la primera publicación sobre el PASEF¹ se establecieron las bases de esta nueva metodología. En dicha publicación se describe una prueba de concepto mediante el análisis de una mezcla de péptidos por infusión directa, mostrando que la metodología PASEF ofrecía una mejora potencial extraordinaria en las velocidades de adquisición MS/MS y de la sensibilidad en proteómica “shotgun”, pudiendo analizar hasta >170.000 precursores en un único experimento.

La tecnología incorporada actualmente al espectrómetro de masas **timsTOF Pro** mejora las prestaciones descritas anteriormente, así como las ofrecidas por el resto de instru-

mentos actuales y, muy especialmente, en términos de identificación de proteínas y péptidos, así como en relevancia biológica.

Recientemente, Bruker ha publicado la nota de aplicación “PASEF™ on a timsTOF Pro defines new performance standards for shotgun proteomics with dramatic improvements in MS/MS data acquisition rates and sensitivity”, donde se demuestra que con los desarrollos actuales la potencialidad de esta técnica se ha convertido en realidad. Gracias a la tecnología **PASEF**, en un experimento de proteómica tipo “shotgun” se aíslan hasta 166.000 precursores independientes procedentes de 200 ng inyectados en columna de un digerido celular HeLa y utilizando un gradiente de 90 minutos. El efecto de focalización y concentración de la cromatografía y la trampa de movilidad iónica **tims** proporciona una ganancia en sensibilidad en un factor de 10 y, por tanto, permite trabajar con cantidades 5 o 10 veces menores de muestra de las que habitualmente son necesarias en proteómica y, además, obteniendo mejores resultados.

El estudio descrito en la nota de aplicaciones muestra que los espectros de MS/MS de los 166.000 precursores permite la identificación de más de 35.000 péptidos únicos y más de 5.500 proteínas presentes en el digerido de células HeLa.

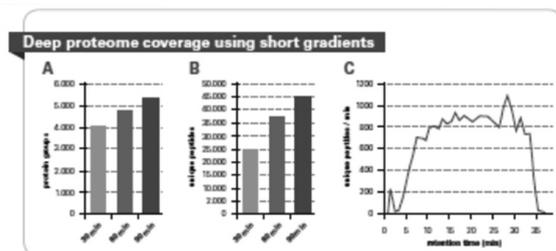
Los beneficios de esta nueva tecnología son claros en cualquier campo de aplicación y, en concreto, en el de la proteómica, donde el sistema Bruker **timsTOF PRO** con el sistema de fragmentación **PASEF** y conectado a un cromatógrafo UHPLC nanoElute supone un gran avance en prestaciones en cuanto a identificación, caracterización y cuantificación de proteínas.

Brochure: timsTOF Pro, 09-2017, (1854883)

App Note: PASEF™ on a timsTOF Pro defines new performance, 09-2017 (1855150)

<https://www.bruker.com/products/mass-spectrometry-and-separations/lc-ms/o-tof/timstof-pro/overview.html>

- (1) Meier, et al. (2015) Parallel Accumulation - Serial Fragmentation (PASEF): Multiplying Sequencing Speed and Sensitivity by Synchronized Scans in a Trapped Ion Mobility Device. *J Proteome Res.* 14(12):5378-87



Bruker Española, S.A.

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

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

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

Dr. Juan Vicente Sancho Llopis
Instituto Universitario de Plaguicidas y Algas
Departamento de Química Física y Analítica
Universitat Jaume I. Edificio de Investigación 1. Campus del Riu Sec
Avda. Vicente Sos Baynat, s/n
12071 Castelló de La Plana (Spain)
Tel. 91 964 387 363
Fax: 91 964 387 368
e-mail: secretaria.secyta@gmail.com

Cuota anual: 30 €

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

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

HOJA DE INSCRIPCIÓN

Apellidos Nombre

DNI

Domicilio particular:

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono Correo electrónico

Industria u organización

.....

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono FAX Correo electrónico

DATOS BANCARIOS

Banco/Caja de Ahorros

Sucursal

Dirección Ciudad.....

D.

Con domicilio en

Y con IBAN ES__/____/____/____/____/____

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

Atentamente le saluda,

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

Firma:

Thermo
SCIENTIFIC

A Thermo Fisher Scientific Brand

A new chapter

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

in GC-MS

• [Learn more at thermoscientific.com/QExactiveGC](http://thermoscientific.com/QExactiveGC)



RENDIMIENTO MÍTICO ACQUITY PARA TODOS LOS LABORATORIOS.



“ ★★★★★ Buen sistema y soporte increíble.
El seguimiento y el soporte son de los mejores en la industria, y la
robustez del sistema ha sido muy buena en todas nuestras aplicaciones.”

- Opinión de usuario en SELECT SCIENCE

FAMILIA ACQUITY®

LA PLATAFORMA DEFINITIVA PARA MUCHAS ORGANIZACIONES. Basado en la versatilidad por la que se conocen los sistemas ACQUITY, el sistema ACQUITY Arc™ simplifica la transferencia de métodos y permite asegurar la durabilidad de los resultados y hacer frente a los requisitos actuales. Ahora más que nunca, la familia de productos ACQUITY acelera su potencial de descubrimiento científico y le permite mejorar tanto la productividad como la rentabilidad a medida que crece su negocio. Para encontrar el sistema que se ajusta mejor a su laboratorio, visite waters.com/ACQUITY

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

INDUSTRIA FARMACÉUTICA • CIENCIAS DE LA SALUD • ALIMENTACIÓN • MEDIO AMBIENTE • ANÁLISIS QUÍMICO

©2017 Waters Corporation. Waters, Waters, The Science of What's Possible y ACQUITY son marcas registradas de Waters Corporation.