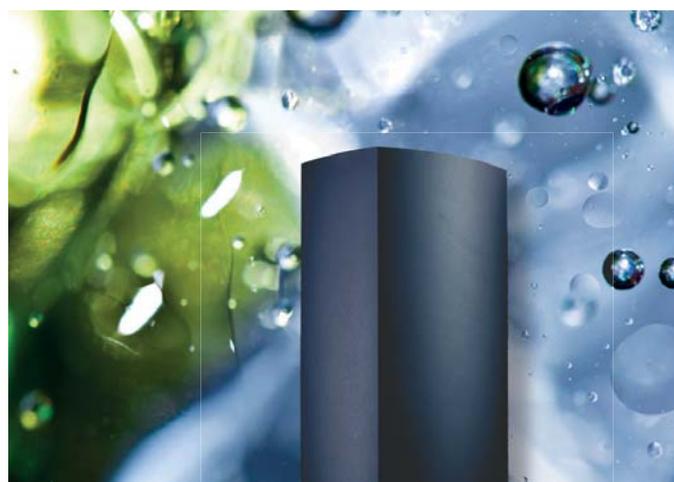
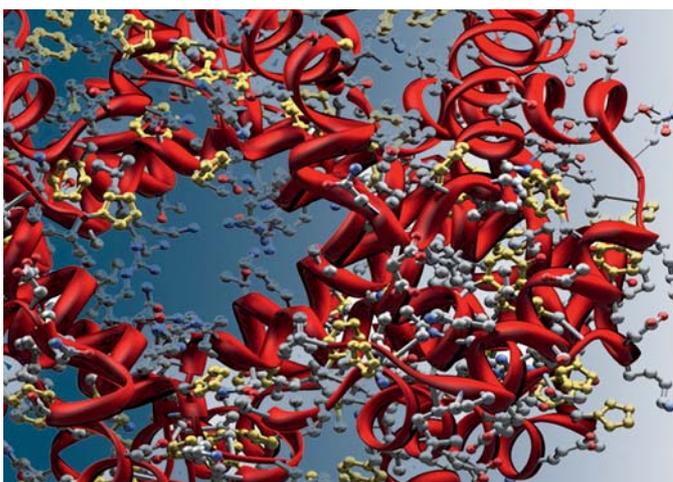


CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

BOLETÍN DE LA SECYTA
VOLUMEN 36 N.º 1 (2015)
36
WWW.SECYTA.ORG



Sistema LCMS Q-TOF impact II

- Todo el detalle en la primera foto
 - **Amplio Rango Dinámico** - Cinco órdenes de magnitud para un conocimiento exhaustivo de su muestra
 - **Adquisición completa de una sola vez** - Garantiza los mejores resultados cualitativos y cuantitativos en un solo análisis cromatográfico. Mínimo tiempo desde la medida al resultado final.
 - **Instant Expertise™**: Integridad Espectral en todo el rango desde moléculas de masa bajas hasta proteínas intactas
 - **Fidelidad Isotópica** para la determinación definitiva de la fórmula molecular.



UHR-Q TOF MS

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, Junio de 2015 Vol. 36, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

| | |
|----|---|
| 2 | EDITORIAL |
| | ARTÍCULO |
| 3 | Revalorización y aprovechamiento de subproductos de la industria agroalimentaria: obtención de péptidos bioactivos. <i>R. Vásquez-Villanueva, M.C. García, M.L. Marina</i> |
| | NOTICIAS DE LA SECyTA |
| 22 | XV Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA 2015) |
| 25 | Nuevos socios |
| 28 | In Memoriam: Prof. Claire Vidal-Madjar |
| | INFORMACIONES |
| 29 | Calendario de actividades |
| | INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA |
| 32 | Artículos de interés |
| | DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS |
| 35 | Nota técnica |
| 39 | Novedades técnicas |
| 49 | NORMAS GENERALES DE PUBLICACIÓN |
| 51 | NORMATIVA DE CONCESIÓN DE AYUDAS PARA LA ASISTENCIA A CONGRESOS Y/O REUNIONES |

Redacción: María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)
Ana Cristina Soria Monzón (acsoria@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 9, 28049 Madrid. Tel. 91 001 79 00

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

Colaboradores: B. Hernández

Depósito legal: M-1902-1975

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

Diseño de portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

Quiero enviar desde aquí un mensaje de optimismo a todos los que trabajamos en el campo de la Química Analítica y particularmente en las técnicas de separación. Como ya sabéis, durante los últimos años hemos asistido a una total revolución en las técnicas y el análisis instrumental. Los avances en el mundo de la microelectrónica y la informática han permitido desarrollar una instrumentación científica con un potencial enorme. Por poner algún ejemplo, el desarrollo de la cromatografía en dos dimensiones GC x GC y LC x LC, ha supuesto un salto cuantitativo en la capacidad de separación de compuestos químicos en mezclas complejas, lo que hace solo unos años hubiera sido imposible de llevar a cabo. La introducción de la espectrometría de masas como sistema de detección acoplada a las técnicas de separación ha supuesto la posibilidad de detectar cantidades en torno a los femtogramos con una gran precisión y exactitud. Ello ha supuesto una mejora tanto en la comprensión del comportamiento de los contaminantes en el medio ambiente, como en el control y el aumento de la calidad y seguridad de los alimentos. Por otra parte, el desarrollo de la electroforesis capilar, la introducción de nuevas fases estacionarias en la cromatografía de líquidos y sus acoplamientos a detectores de masas tipo ToF, así como la introducción de nuevas interfases, han permitido analizar biomoléculas cada vez más complejas y convertirse en una herramienta fundamental en los estudios de proteómica y metabolómica. Por ello, y a pesar de la crisis económica que ha hecho que la productividad científica en España este disminuyendo poco a poco, en el caso de las técnicas de separación y sus aplicaciones, el número de publicaciones científicas sigue aumentando situándonos en el estudio realizado en el número de marzo del "Analytical Scientific Journal" entre los cinco países que más publican en el mundo, por detrás de China, US, Alemania y Japón.

En la vida de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA), las reuniones científicas anuales son una de nuestras actividades más importantes, ya que permiten el encuentro con los socios, el intercambio de opiniones, y la presentación de las innovaciones más interesantes en el campo de las técnicas de separación. Como ya sabéis, del 27 al 30 del próximo mes de octubre se celebrará en Castellón la XV Reunión Científica de la SECyTA, de forma conjunta con la VII Reunión Nacional de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM), lo que le dará una resonancia mayor dentro de la comunidad química española y de otros países. No es la primera vez que nuestra sociedad organiza su reunión anual con la SEEM, siempre con muy buenos resultados. Además de las buenas relaciones que mantenemos con la SEEM desde hace años, coincidimos en temáticas y en objetivos. En esta ocasión y como ya es habitual, se prestará especial atención a los jóvenes investigadores favoreciendo su asistencia y participación en las actividades de las 2 reuniones.

Como en anteriores ediciones, a lo largo de las jornadas tendremos ocasión de conocer el impacto que la innovación y el desarrollo del conocimiento que tanto las Técnicas Analíticas de Separación como la Espectrometría de Masas tienen en la resolución de los problemas actuales de la sociedad. Se presentarán los últimos avances en estos campos enfocados principalmente a la miniaturización, automatización, acoplamientos on-line, tratamiento de muestra, etc. y sus aplicaciones a diversas áreas de conocimiento, como medio ambiente, alimentos, fármacos y sistemas biológicos. Se ha elaborado un programa científico atractivo, competitivo y sugerente que permitirá crear un foro de discusión entre todos los profesionales del sector, favoreciendo la interacción entre ellos (científicos, empresas, estudiantes, administración, etc.), lo que potenciará las colaboraciones entre todos los profesionales implicados y que revertirá en beneficio de todos. Toda la información sobre la reunión la encontraréis en la página web de la SECyTA y en www.secytaseem2015.com

Durante las jornadas contaremos con conferenciantes de elevado prestigio como son los Drs.: Facundo M. Fernández (Georgia Institute of Technology, Atlanta, USA), Pablo Martínez-Lozano Sinues (ETH Zurich, Switzerland), Jana Hajslova (Institute of Chemical Technology, Prague, Czech Republic), Coral Barbas (University of CEU San Pablo, Madrid, Spain), Paola Dugo (University of Messina, Messina, Italy), José Manuel Florencio Nogueira (University of Lisboa, Lisbon, Portugal), Eric Reiner (University of Toronto, Toronto, Canada) y Félix Hernández (University Jaume I, Castellón, Spain) que nos contarán el resultado de sus últimas investigaciones en relación a las técnicas de separación y la espectrometría de masas. También tendremos nuestras sesiones de jóvenes investigadores y, como no podía ser de otra manera, la XI edición de los premios José Antonio García Domínguez, patrocinados por Bruker Española S.A. Os animo a todos a asistir y os espero en octubre en Castellón.

María José González Carlos
Presidenta de la SECyTA

ARTÍCULO

Revalorización y aprovechamiento de subproductos de la industria agroalimentaria: obtención de péptidos bioactivos.

Romy Vásquez-Villanueva, M^a Concepción García, M^a Luisa Marina

Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química, Facultad de Biología, Ciencias Ambientales y Química, Universidad de Alcalá,

Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares (Madrid)

e-mail: mluisa.marina@uah.es; teléfono +34-918854935; fax +34-918854971

RESUMEN

La industria agroalimentaria genera gran cantidad de residuos que suponen un problema medioambiental y económico. Aunque se han desarrollado estrategias para la reutilización de estos desechos como la producción de piensos y fertilizantes, estos residuos pueden ser de utilidad para la obtención de compuestos con alto valor añadido como péptidos bioactivos. Las técnicas de separación juegan un papel muy relevante en el desarrollo de metodologías para el aislamiento e identificación de sustancias bioactivas a partir de residuos de la industria agroalimentaria. La obtención de péptidos bioactivos a partir de matrices tan complejas requiere el uso de distintas técnicas de purificación e identificación. El objetivo de este trabajo ha sido revisar las técnicas y metodologías analíticas más empleadas en el aislamiento e identificación de péptidos bioactivos a partir de subproductos de la industria agroalimentaria.

1. INTRODUCCIÓN

La industria agroalimentaria genera una gran cantidad de residuos que si no son aprovechados o debidamente procesados, acaban en vertederos o siendo incinerados. Ambas posibilidades provocan la emisión de contaminantes ambientales y gases de efecto invernadero que tienen un gran impacto medioambiental y suponen importantes costes y riesgos para la salud pública (Restrepo Gallego, 2006; www.prtr-es).

Se puede hacer una diferenciación entre los residuos generados por los alimentos procedentes de fuentes vegetales de los que proceden de fuentes animales. Los primeros están constituidos principalmente por residuos acuosos, hojas, cáscaras, pieles y huesos de frutos. Dependiendo de la fuente, estos residuos pueden constituir entre el 10 y el 65% del producto inicial (www.prtr-es). Entre los residuos de origen animal se pueden considerar las escamas, cabezas, vísceras, raspas (procedentes de pescados), huesos, plumas, patas, picos,

sangre (procedentes de aves) y carcasas, pieles, huesos, tendones, sangre, tejido graso, cuernos, pezuñas y órganos internos (procedentes de ganado vacuno y porcino) (Di Bernardini y col., 2011; Ajila y col., 2012; Toldrá, y col., 2012; Lasekan y col., 2013).

Actualmente existen distintas vías de reutilización para estos subproductos. La mayor parte de ellas suponen la preparación de productos de bajo valor como piensos para ganado, fertilizantes o compost (Ajila y col., 2012; Piotrowska y col., 2013). Estas estrategias no suponen un beneficio económico sino que son más bien una vía para deshacerse de este material y evitar la gestión de estos residuos que sí que supone un coste económico. Sin embargo, estos subproductos contienen sustancias valiosas y la extracción y utilización de estas sustancias permitiría su revalorización, garantizando así un uso más eficiente de los recursos naturales. Además de polifenoles, lípidos, fibra, vitaminas, etc. (Moure y col., 2001; Jayathilakan y col., 2012), algunos subproductos presentan un elevado contenido proteico y constituyen, por tanto, fuentes baratas de proteínas. Estas proteínas tienen valor desde un punto de vista nutricional pero también pueden contener péptidos bioactivos de interés para la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética.

Así, el aprovechamiento de los subproductos generados por la industria agroalimentaria no solo permitiría reducir el impacto ambiental como consecuencia de la emisión de este material de desecho sino que también permitiría la revalorización de este residuo y la obtención de compuestos con elevado valor añadido. Un adecuado tratamiento de estos subproductos que, por lo general, pueden ser considerados muestras complejas, es un reto importante para poder establecer una metodología para su reutilización. Ello requiere un importante trabajo de investigación dado que la principal limitación de estos compuestos es la viabilidad económica del proceso de extracción y aislamiento. En este trabajo se describen las metodologías analíticas empleadas con el fin de llevar a cabo el aislamiento e identificación de péptidos bioactivos a partir de subproductos de la industria agroalimentaria.

2. PÉPTIDOS BIOACTIVOS

Los péptidos bioactivos son pequeñas cadenas de aminoácidos (entre 2-30 aminoácidos de longitud) que juegan un papel importante en ciertas rutas metabólicas, y por lo tanto, afectan de manera beneficiosa a nuestro estado de salud. Para que un péptido sea bioactivo debe generar un efecto medible a nivel fisiológico que debe ser beneficioso para la salud. En muchas ocasiones, los péptidos bioactivos se encuentran encriptados en la secuencia de una proteína y solo ejercen su actividad cuando son liberados (Korhonen y Pihlanto, 2006; Ajibola y col., 2011). Aunque con menor frecuencia, los péptidos bioactivos también pueden encontrarse como entidades independientes en cuyo caso no sería necesario ningún proceso para su liberación.

Los péptidos bioactivos pueden presentar diferentes bioactividades. Entre otras, se han encontrado péptidos con capacidad antioxidante, antihipertensiva, opioide, antibacteriana, antihipercolesterolemica, antitrombótica, anticancerígena, etc. (Hartmann y Meisel, 2007) aunque son los péptidos con actividad antihipertensiva, antioxidante y antimicrobiana (antibacteriana y antifúngica) los que más frecuentemente han sido aislados a partir de residuos de la industria agroalimentaria.

Los péptidos con capacidad antihipertensiva actúan sobre el sistema renina-angiotensina cuya función es la de regular la tensión arterial. De forma simplificada, el decapeptido angiotensina I es hidrolizado por la enzima convertidora de la angiotensina (ACE del inglés “angiotensin converting enzyme”) obteniéndose el octapeptido angiotensina II, que es un potente vasoconstrictor. Los fármacos sintéticos utilizados para el tratamiento de la hipertensión suelen tener efectos secundarios indeseables como la sequedad bucal, tos seca o incluso riesgo de padecer aneurismas (Atkinson y Robertson, 1979; Sweeting y col., 2010). Los péptidos antihipertensivos inhiben la actividad de la ACE y no presentan efectos secundarios con lo que podrían ser de interés en el tratamiento de esta enfermedad. Generalmente contienen entre 2-12 residuos de aminoácidos siendo habitual la presencia de aminoácidos hidrofóbicos como leucina (L) y prolina (P) y aminoácidos aromáticos como histidina (H), tirosina (Y), fenilalanina (F) y triptófano (W). Además, la posición de los residuos de P en la secuencia del péptido parece afectar de forma significativa a la estabilidad del péptido (Cheung y col., 1980). En algunos residuos cárnicos puede aparecer un aminoácido derivado de la hidrólisis de P, la hidroxiprolina (Hyp). La Hyp es necesaria para la síntesis de colágeno y por ello se ha encontrado en residuos de la piel del ganado bovino y

porcino y en patas de pollo, ricas en colágeno (Kim y col., 2001a; Saiga y col., 2008; Ichimura y col., 2009).

Los péptidos con capacidad antioxidante presentan gran interés tanto desde el punto de vista terapéutico como desde el punto de vista de la industria alimentaria. Las especies reactivas del oxígeno (ROS, del inglés “reactive oxygen species”) son moléculas derivadas del oxígeno molecular o radicales libres formados endógenamente en el organismo o generados por causas exógenas como el tabaco, exposición a la radiación o la contaminación medioambiental (Lee y col., 2004). La acumulación de ROS en el organismo se ha relacionado con la aparición de ciertos desórdenes fisiológicos, estados patológicos y la aceleración del envejecimiento (Valko y col., 2007). Por otro lado, la oxidación de los alimentos es un fenómeno habitual, especialmente en aquellos que contienen lípidos, lo que conduce a su degradación progresiva y provoca cambios en el olor, color y sabor del alimento. La adición de antioxidantes sintéticos para evitar estos procesos oxidativos y alargar la vida del alimento es habitual en la industria alimentaria. No obstante, existe una percepción negativa de los consumidores hacia su uso que, en muchos casos, está permitido dentro de unos límites establecidos debido a su carcinogenicidad (André y col., 2010). La utilización de péptidos antioxidantes es una alternativa a estos compuestos sintéticos. Los péptidos con capacidad antioxidante se suelen caracterizar por contener en su secuencia residuos de aminoácidos como la H, cisteína (C), P, metionina (M) y aminoácidos aromáticos.

Los péptidos con capacidad antibacteriana y antifúngica ejercen actividad inhibitoria frente a distintos microorganismos (Cudic y Otvos, 2002). Pueden actuar contra bacterias Gram (+) y Gram (-) como la *Escherichia Coli*, *Helicobacter*, *Listeria*, *Salmonella* y *Staphylococcus*, además de contra levaduras y hongos (Fitzgerald y Murray, 2006). Una característica importante de los péptidos con capacidad antibacteriana y antifúngica es que además de ser de pequeño tamaño suelen presentar residuos de C y/o glicina (G). También se ha observado una relación entre aquellos péptidos que presentan esta actividad y la presencia de residuos de aminoácidos cargados. Por regla general, el número de aminoácidos cargados positivamente (arginina (R) y/o lisina (K)) en estos péptidos es mucho mayor que el de los aminoácidos cargados negativamente (ácido aspártico (D) y ácido glutámico (E)) (Barbosa-Pelegri y col., 2011). El efecto de inhibición parece estar relacionado con la carga neta positiva de estos péptidos. En efecto, los péptidos interactúan con las membranas de los microorganismos a través de los fosfolípidos cargados negativamente alterando su permeabilidad y provocando la muerte celular (Barbosa-Pelegri y col., 2011; Maróti y col., 2011).

De especial interés son los péptidos con múltiples bioactividades como los aislados por *Adje y col.* (2011) a partir de sangre de ganado bovino que mostraban simultáneamente actividad antibacteriana e inhibidora de la ACE.

3. METODOLOGÍAS ANALÍTICAS PARA LA EXTRACCIÓN DE PÉPTIDOS BIOACTIVOS A PARTIR DE SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA AGROALIMENTARIA

La Figura 1 muestra un esquema de las diferentes etapas que se llevan a cabo para la obtención de péptidos bioactivos a partir de subproductos de la industria agroalimentaria. Los péptidos bioactivos suelen estar encriptados en el interior de la secuencia de una proteína de la que tienen que ser liberados para poder ejercer su actividad. Así, la obtención de péptidos bioactivos implica la extracción de las proteínas, la obtención de los péptidos, generalmente mediante digestión enzimática, la purificación de los hidrolizados utilizando diferentes técnicas de separación y la identificación de los péptidos bioactivos aislados. Además, es necesario realizar ensayos de bioactividad para evaluar y seguir la funcionalidad de los péptidos a lo largo de las diferentes etapas del proceso.

Durante la extracción de las proteínas deben eliminarse todos los posibles interferentes como pueden ser la materia grasa, fibra, vitaminas, distintos hidratos de carbono, etc. (*Saravanan y Rose, 2004; Jayathilakan y col., 2012*). La extracción de las proteínas suele realizarse utilizando un medio tamponado que puede contener sustancias tensioactivas, reductoras o caotrópicas para mejorar la eficacia y rendimiento del proceso. La utilización de ultrasonidos en forma de baño o sonda es también habitual con el fin de favorecer la extracción.

Una vez obtenido el aislado proteico, el péptido bioactivo ha de ser liberado siendo la hidrólisis enzimática la metodología más habitual para este fin. Esto puede llevarse a cabo *in vivo* durante la digestión gastrointestinal o *in vitro* mediante el uso de enzimas o microorganismos proteolíticos (*Korhonen y Pihlanto, 2006*). Tanto el tipo de enzima o microorganismo empleado como las condiciones utilizadas (relación enzima:sustrato, tiempo de hidrólisis, pH y temperatura, etc.) durante la hidrólisis pueden afectar de forma significativa a la actividad de los péptidos obtenidos. Enzimas como la alcalasa, pepsina, flavourzima, termolisina o tripsina son opciones habituales cuando se realiza la hidrólisis *in vitro* de las proteínas. En otras ocasiones se utilizan enzimas extraídas también de residuos alimentarios como hicieron *Fontoura y col.*

(2014) que usaron queratinas alcalinas producidas por bacterias previamente aisladas de residuos del procesado de la carne de pollo. La autólisis del subproducto con proteasas endógenas es otra opción para la liberación de los péptidos bioactivos que resulta más barata pero suele ser más lenta. Esta opción fue utilizada por *Nogata y col.* (2009) y *Jamdar y col.* (2011) para la obtención de péptidos bioactivos a partir de un subproducto del procesado del trigo y de vísceras de carne de aves de corral, respectivamente. Otras opciones utilizadas para liberar péptidos bioactivos son la fermentación o el empleo de múltiples enzimas. *Li y col.* (2007) realizaron una digestión con un cóctel de enzimas constituido por papaína, por proteasas de páncreas bovino, una proteasa de *Streptomyces* y otra de *Bacillus polymixa* para obtener péptidos antioxidantes a partir del colágeno de la piel de cerdo.

Con fines a comprobar si la bioactividad buscada se observa entre los péptidos obtenidos es habitual la realización de ensayos de bioactividad en este momento. Los hidrolizados peptídicos más prometedores en términos de actividad serán posteriormente sometidos a diferentes etapas de purificación. Las etapas de separación deben ser elegidas y optimizadas con el fin de reducir su tiempo y coste y evitar la pérdida de muestra teniendo siempre en cuenta que los hidrolizados son muestras complejas con un elevado rango dinámico.

4. METODOLOGÍAS ANALÍTICAS PARA LA PURIFICACIÓN DE PÉPTIDOS BIOACTIVOS A PARTIR DE SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA AGROALIMENTARIA

La Tabla 1 agrupa las técnicas empleadas en la purificación de péptidos bioactivos a partir de residuos de la industria agroalimentaria así como la secuencia de los péptidos purificados. Dado el elevado número de trabajos enfocados a la obtención de péptidos bioactivos a partir de subproductos del pescado y el marisco y debido a que existen numerosos trabajos de revisión bibliográfica enfocados a este tipo de residuos, este trabajo se ha centrado en el resto de subproductos de la industria agroalimentaria: subproductos procedentes del procesado de la carne bovina y porcina, subproductos del procesado de la carne de aves de corral y subproductos del procesado del huevo, productos lácteos, frutos secos, frutas, cereales y otros vegetales, etc.

Dada la complejidad de estos subproductos, en general, es habitual la utilización de varias etapas de purificación con fines a aislar péptidos bioactivos tras el empleo de técnicas de extracción como la extracción en fase sólida.



Figura 1. Esquema de las diferentes etapas seguidas en la obtención de péptidos bioactivos a partir de subproductos de la industria agroalimentaria.

Tabla 1. Bioactividad y etapas utilizadas en la purificación de péptidos bioactivos a partir de subproductos de la industria agroalimentaria incluyendo la secuencia de los péptidos en el caso de que esté disponible.

| Subproducto | Bioactividad | Purificación* | Identificación | Secuencia de péptidos identificados | Ref. |
|--|-----------------------------------|---|--|--|-----------------------------|
| SUBPRODUCTOS DEL PROCESADO DE CARNE DE VACA | | | | | |
| Sangre (hemoglobina) | Antihipertensiva y antibacteriana | RPC: Vydac C4 (250 x 10 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, FM B: 60 %ACN/0.1 %TFA; 0-67% B en 30 min, 67-87% B en 35 min; 0.6 mL/min; $\lambda_{200-300}$ | RPC-ESI-QqQ MS | TKAVEHLDDLPGALSELSDLHAHKL RVDPVNFKLLSHSL; LDDLPGALSELSDLHAHKLKRVDPVNF KLLS;HSL; KLLSHSL; LLSHSL; VLSAADKGNVKAAWGKYGGHAAE | Adje y col., 2011 |
| Sangre (hemoglobina) | Antibacteriana | AEC: Q-Sepharose Fast Flow XK 50 (300 x 50 mm); etanolamina-HCl 50 mM (pH 10.5) + NaCl; 5 mL/min; λ_{280} RPC: C18 (300 x 19 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, B: ACN 60 %/H ₂ O/0.1% TFA; 3-25% B en 10 min, 25-30% B en 80 min; 13.6 mL/min; Viny., 1 mL; λ_{226} | MALDI-TOF MS | | Froidevaux y col., 2001 |
| Sangre (hemoglobina) | Antibacteriana | RPC: Vydac C4 (250 x 10 mm); FM A: H ₂ O/1% TFA, FM B: 60 % ACN/1% TFA; 0-67% B en 30 min, 67-87% B en 35 min; 5 mL/min; $\lambda_{200-300}$ | ESI-QqQ MS | VTLASHLPSDFTPAVHASLDFKFLANV STVLTSKYR; TSKYR; STVLTSKYR; QADFQVYAGVANALAHRYH | Nedjar-Arroume y col., 2006 |
| Sangre (hemoglobina) | Antibacteriana | RPC: Vydac C4 (250 x 10 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, FM B: 60 % ACN/0.1% TFA; 0-67% B en 30 min, 67-87% B en 35 min; 5 mL/min; $\lambda_{200-300}$ | MALDI-TOF ESI-QqQ MS | VTLASHLPSDFTPAVHASLDFKFLANV STVL | Daoud y col., 2005 |
| Sangre (hemoglobina) | Opioide | SEC: TSK G2000 SWG (600 x 21.5 mm); 10 mM acetato amónico (pH 6.0); 6 mL/min RPC: Delta Pack C18 (300 x 19 mm); FM A: acetato de amonio 10 mM (pH 6.0), FM B, ACN; 0-40 % B en 40 min; 12 mL/min; Viny., 500 μ L; λ_{254} y λ_{280} | FAB-MS Degradación secuencial de Edman | LVVYPWTQRF; VVYPWTQRF | Piot y col., 1992 |
| Piel (gelatina) | Antioxidante | SEC: Sephadex G-25 (90 x 2.5 cm); PBS 50 mM (pH 7.0) CEC: Sephadex C-25 (40 x 3cm); PBS 20 mM (pH 4.0); 0-0.5 M NaCl. RPC: C18 (250 x 10 mm); FM A: H ₂ O/0.1 % TFA, FM B: ACN/0.1 %TFA; 1.5FAB-MS mL/min RPC: C18 (250 x 10 mm); FM A: H ₂ O/0.1 % TFA, FM B: ACN/Acetato de amonio 10 mM; 1.5 mL/min | Degradación secuencial de Edman | GP-Hyp-GP-Hyp-GP-Hyp-G | Kim y col., 2001a |
| Piel (gelatina) | Antihipertensiva | UF: 1, 5 y 10 kDa SEC: Sephadex G-25 (900 x 25 mm); PBS 0.1 M (pH 7.0); 0.5 mL/min; 25 °C; λ_{280} CEC: SP-Sephadex C-25 (450 x 25 mm); 20 mM acetato de sodio/AA (pH 4.0); 0-1.0 M NaCl; 2 mL/min; λ_{280} SEC: Sephadex G-15 (900 x 25 mm); H ₂ O; 0.5 mL/min; 25 °C; λ_{280} RPC: Primesphere C18 (250 x 10 mm); FM A: H ₂ O/TFA 0.1%; B: ACN/0.1% TFA; 10-50% B en 40 min; 2 mL/min; λ_{215} | Degradación secuencial de Edman | GPL GPV | Kim y col., 2001b |
| SUBPRODUCTOS DEL PROCESADO DE CARNE DE BÚFALO | | | | | |
| Cuerno de búfalo | Antioxidante | SEC: Sephadex G-25 (1000 x 20 mm); H ₂ O; 0.15 mL/min; λ_{254} AEC: DEAE Sepharose Fast Flow (200 x 20 mm); 50 mM PBS (pH 6.4); 0-0.3 M NaCl; 1.0 mL/min; λ_{254} RPC: SunFire C18 (50 x 19 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA; FM B: MeOH/0.1% TFA; 2% B durante 1.5 min, 2-60% B en 10 min; 15 mL/min | MALDI-TOF/TOF MS QYDQGV; YEDCTDCGN; AADNANELFPFN | | Liu y col., 2010 |

| SUBPRODUCTOS DEL PROCESADO DE CARNE DE CERDO | | | | |
|---|--|---|--|-----------------------|
| Sangre (hemoglobina) | Antihipertensiva | <p>SEC: Sephadex LH-20 (900 x 26 mm); 30% MeOH; 0.5 mL/min; λ_{230}</p> <p>RPC: Hypersil BDS C18 column (250 x 4.6 mm); FM: A: 10% ACN/0.1% TFA, 10 min; B: ACN/0.1% TFA; 0% B durante 5 min, 0-50% B en 40 min, 100 % B durante 10 min; 1 mL/min; Viny., 20 μL; λ_{215}</p> <p>RPC: Hypersil BDS C18 column (250 x 4.6 mm); FM: A: 10% ACN/1% TFA, 10 min; B: ACN/1% TFA; 0% B durante 3 min, 0-40% B en 15 min, 100% B durante 10 min; 1 mL/min; Viny., 20 μL; λ_{215}</p> <p>SEC: Sephadex G-50 (650 x 26 mm); PBS; 48 mL/h; 25 °C; Viny., 1.5 mL; λ_{280}</p> | <p>MALDI-TOF y ESI-IT MS</p> <p>LGPPPTTKTYFPHF; VVYPWT</p> | Yu y col., 2006 |
| Sangre (hemoglobina) | Antioxidante | - | - | Chang y col., 2007 |
| Piel (colágeno) | Antioxidante | <p>SEC: Sephadex LH-20 (80 x 2.5 cm); H₂O; λ_{254}</p> <p>AEC: DEAE-Sephadex A-25 (180 x 25 mm); Tris-HCl 0.5 M (pH 8.3); 0-0.5 M NaCl</p> <p>RPC: C18 AQ S-5 (250 x 4.6 mm); FM B: ACN/0.05% TFA; 0% B durante 10 min, 0-60 % B en 10 min; λ_{215}</p> | RPC-QTOF MS | Li y col., 2007 |
| Piel (colágeno) | Antihipertensiva | <p>SEC: Sephadex LH-20 (900 x 26 mm); 30% MeOH</p> <p>AEC: DEAE-Toyopearl 650M (650 x 16 mm); 0-1 M NaCl</p> <p>CEC: SP-Toyopearl 650M (650 x 16 mm); 0-1 M NaCl</p> <p>RPC: μBondasphere C18 (150 x 3.9 mm); FM A: H₂O/0.01% TFA, FM B: ACN/0.01% TFA; 0-63 % B</p> | Degradación secuencial de Edman | Ichimura y col., 2009 |
| SUBPRODUCTOS DEL PROCESADO DE CARNE DE AVE DE CORRAL | | | | |
| Hueso de pollo | Antihipertensiva | <p>SEC: TSK gel G2000SW_{XL} (300 x 7.8 mm); 0.2 mol/L PBS (pH 7.0); 1.0 mL/min; λ_{225}</p> <p>RPC: Inertsil C18; FM B, ACN/0.1% TFA; 0-35% B; 1.0 mL/min, λ_{225}</p> <p>RPC: mismas condiciones excepto 8-14% B; 0.5 mL/min; λ_{225}</p> <p>RPC: Cosmosil 5PE-MS; 10 % ACN y 5 % ACN; 0.5 mL/min; λ_{225}</p> <p>UF: 3 kDa</p> <p>RPC: TOSOH C18 (250 x 22 mm) y (250 x 4.6 mm); FM B: ACN/0.1% TFA; G: 8-40% B en 40 min y 8-40 % B en 64 min; 1.0 mL/min; λ_{220}</p> <p>UF: 5 kDa</p> <p>SEC: Superdex™ Peptide HR 10/30 (300 x 10 mm); H₂O; 0.5 mL/min; λ_{220}</p> | YYRA | Nakade y col., 2008 |
| Patatas de pollo (Colágeno) | Antihipertensiva | <p>UF: 3 kDa</p> <p>RPC: TOSOH C18 (250 x 22 mm) y (250 x 4.6 mm); FM B: ACN/0.1% TFA; G: 8-40% B en 40 min y 8-40 % B en 64 min; 1.0 mL/min; λ_{220}</p> <p>UF: 5 kDa</p> <p>SEC: Superdex™ Peptide HR 10/30 (300 x 10 mm); H₂O; 0.5 mL/min; λ_{220}</p> | Degradación secuencial de Edman | Saiga y col., 2008 |
| Huesos de pata de pollo | Antihipertensiva | <p>UF: 3 y 10 kDa</p> <p>SEC: Superdex peptide 10/300 GL (300 x 10 mm); ácido fosfórico (0.05 M) y NaCl (0.15 M); 0.5 mL/min; λ_{215}</p> <p>UF: 10 kDa</p> <p>RPC: C18 (250 x 4.6 mm); FM B: ACN/0.01% TFA; 20 -60% B 30 min; 1 mL/min; Viny., 20 μL</p> | LC-Q-TOF MS | Cheng y col., 2009 |
| Sangre de pollo | Antihipertensiva | <p>UF: 3 y 10 kDa</p> <p>SEC: Superdex peptide 10/300 GL (300 x 10 mm); ácido fosfórico (0.05 M) y NaCl (0.15 M); 0.5 mL/min; λ_{215}</p> <p>UF: 10 kDa</p> <p>RPC: C18 (250 x 4.6 mm); FM B: ACN/0.01% TFA; 20 -60% B 30 min; 1 mL/min; Viny., 20 μL</p> | - | Huang y col., 2010 |
| Plumas de pollo | Antioxidante, Antihipertensiva y antidiabético | <p>UF: 3 y 10 kDa</p> <p>SEC: Superdex peptide 10/300 GL (300 x 10 mm); ácido fosfórico (0.05 M) y NaCl (0.15 M); 0.5 mL/min; λ_{215}</p> <p>UF: 10 kDa</p> <p>RPC: C18 (250 x 4.6 mm); FM B: ACN/0.01% TFA; 20 -60% B 30 min; 1 mL/min; Viny., 20 μL</p> | - | Fontoura y col., 2014 |

| | | | | | |
|--|---------------------------------|--|---|---------------------------|----------------------------|
| Visceras de aves de corral | Antioxidante, Antihipertensiva | UF: 3 y 10 kDa | - | - | Jamidar y col., 2012 |
| Piel de pato | Antihipertensiva | UF: 5, 10 y 30 kDa SEC: Hiprep 20/60 Sepharyl S-100 HR; H ₂ O; λ ₂₄₆ ; 2 mL/min. RPC: C18 (250 x 20 mm), 0-80% de ACN en 120 min; 2 mL/min; λ ₂₁₅ RPC: C18 (250 x 4.6 mm); 0-70% ACN en 180 min; 0.5 mL/min; λ ₂₁₅ SEC: SB-802.5 (300 x 8 mm); 0.1 mL/min; λ ₂₁₅ SEC: SB-803 (300 x 8 mm); 0.05 mL/min; λ ₂₁₅ | LC-QqQ MS | WYPAAP | Lee y col., 2012 |
| SUBPRODUCTOS DEL PROCESADO DEL HUEVO | | | | | |
| Subproducto de extracción de fosfolípidos de yema de huevo | Antioxidante | UF: 30 kDa y 5 kDa SEC: Zorbax GF-250 (250 x 4.6 mm); 0.02 M Tris-HCl (pH 6.8)/NaCl 0.2 M; 0.25 mL/min; 30 °C; λ ₂₃₀ y λ ₂₈₀ RPC: Zorbax XDB-C18 (250 x 4.5 mm; 150 x 4.5 mm y 500 x 1.8 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, B: ACN/0.1% TFA; Viny., 100 μL; 30 °C; λ ₂₃₀ | ESI-IT MS | LAPSLPGKPKPD; ITMIAPSAF | Eckert y col., 2014 |
| Subproducto de la extracción de lisozima y cistatina procedentes del huevo | Antihipertensiva | UF: 30 kDa SEC: Zorbax GF-250 (250 x 4.6 mm); PBS 0.02 M (pH 7.2) / 2 % NaCl; 0.5 mL/min; 30 °C; λ ₂₃₀ RPC: Zorbax XDB-C18 (50 x 1.8 mm); FM, A: H ₂ O/0.01% TFA, B: ACN/0.01% TFA, 0-100 % B en 15 min; 1 mL/min; 30 °C; λ ₂₃₀ y λ ₂₈₀ | Degradación secuencial de Edman MALDI-TOF/TOFMS | SWVE DILN | Pokora y col., 2014 |
| SUERO DE LECHE | | | | | |
| Suero obtenido en la elaboración de queso de búfala | Antioxidante e inmunomodulador | UF: 3 kDa SPE: cartuchos C18; 30% ACN/0.1% TFA | MALDI-TOF MS RPC-ESI-QTOF MS | LAFNPTQLEGGQCHV | De Simone y col., 2009 |
| Suero obtenido en la elaboración de queso de oveja | Antioxidante y antihipertensiva | SEC: Sephadex G-10 (200 x 80 mm); Tris-HCl, 0.02 M (pH 8.0); 0.4 mL/min | nanoESI-Q-TOF MS | LAFNPTQLEGGQCHV | Folmer Correa y col., 2014 |
| Suero obtenido en la elaboración de productos lácteos de leche de vaca | antibacteriana | UF: 10 kDa RPC: C18 (150 x 4.6 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, FM B: ACN/0.1% TFA; 2-60 % B en 60 min; 1 mL/min; λ ₂₁₄ | RPC-ESI-MS/MS | KVAGT; KVGIN | Theolier y col., 2013 |
| Suero obtenido en la elaboración de productos lácteos de leche de cabra | Antihipertensivos | UF: 5 y 8 kDa RPC: Nova-Pack C18 (300 x 7.8 mm); FM A: H ₂ O / 0.01 % TFA, FM B: ACN/0.01 % TFA; 0-50 % B en 50 min; 1.5 mL/min; Viny., 200 μL λ ₂₂₀ y λ ₂₈₀ RPC: Mismas condiciones excepto ; 0-20 % B en 45 min; | Degradación secuencial de Edman | LKPTPEGN; LQKW; LLF; LVRT | Ledesma y col., (2002) |

| SUBPRODUCTOS DEL PROCESADO DE FRUTOS SECOS | | | |
|---|---------------------------------|--|--|
| Subproducto de la extracción de aceite de nuez | Antioxidante | SEC: Sephadex G-15 (800 x 16 mm); H ₂ O; 0.5 mL/min; λ_{230} RPC: C18 (150 x 10 mm); FM A: H ₂ O/0.01% TFA, B: ACN/0.01% TFA; 5-40 % B 30 min; 1.5 mL/min; λ_{215} | YS; YSVH; YK; YT; LPC; QM; CA; SOK; CR; CHC; GHC; YA <i>Gu y col., 2015</i> |
| Subproducto de la extracción de aceite de piñón | Antioxidante | SEC: Superose 12; H ₂ O; 1 mL/min; 35 min; λ_{280} AEC: DEAE Sepharose CL-6B; Tris-HCl 0.1 M (pH 9.0); 0.1-1 M NaCl RPC: Luna C8 (250 x 4.6 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, FM B: ACN/0.08% TFA; 0-3 % B en 35 min, 3-30 % B en 8 min, 30-70 % B en 2 min, 70-90 % en 3 min; λ_{314} SPE: cartucho de CEC; 0.1-1 M formiato de amonio (pH 3.6) | <i>Phengnuam y col., 2013</i> |
| Subproducto de la extracción de aceite de cacahuete | Antioxidante | UF: 3 y 5 kDa AEC: QAE-Sephadex A-25 (230 x 26 mm); 1 M HCl y 0.05 N AA; 1 mL/min CEC: SP-Sephadex C-25 (230 x 26 mm); H ₂ O y 0.2-2 M NH ₃ ; 1 mL/min RPC: Vydac 201 HSS10 C18 (250 x 10 mm); FM A: H ₂ O/0.1 % TFA, FM B: ACN/0.1 % TFA; 0-40 % B en 60 min; 2 mL/min; λ_{220} | <i>Hwang y col., 2010</i> |
| SUBPRODUCTOS DEL PROCESADO DE FRUTOS | | | |
| Subproducto de la extracción de aceite de palma | Antibacteriana | SEC: Sepharyl S-100; 3 mM PBS (pH 7.0); 2 mL/min; λ_{280} | <i>Tan y col., 2013</i> |
| Subproducto de la extracción de aceite de palma | Antioxidante | RPC: C18 (250 x 9.4 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, FM B: ACN/0.1 % TFA; 0% B durante 5 min, 0-100% B en 50 min; 4 mL/min; λ_{205} Isoelectroenfoque OFFGEL | AWFS; WAF; LPWRPATNVF; GGIF; YGKVGVAIP; YLLLK; GIFE, GVOEGAGHYALL <i>Zarei y col., 2014</i> |
| Hueso de ciruela | Antioxidante Antihipertensiva | UF: 3 y 5 kDa | González-García y col., 2014 y 2015 |
| Hueso de cereza | Antioxidante Antihipertensiva | UF: 3, 5 y 10 kDa | García y col., 2015 |
| Hueso de melocotón | Antioxidante y antihipertensiva | UF: 3 y 5 kDa. | Vásquez-Villanueva y col., 2015 |
| Hueso de albaricoque | Antihipertensiva | UF: 1 y 5 kDa SEC: Sephadex G-25 (800 x 16 mm); 0.1 % TFA; 0.5 mL/min; λ_{230} RPC: C18 (250 x 4.6 mm); FM A: H ₂ O/0.1 % TFA, FM B: ACN/0.07% TFA; 10-25% B en 30 min; 1 mL/min; Viny, 20 μ L; λ_{314} | <i>Zhu y col., 2010</i> |

| | | | | | |
|---|-----------------------------------|--|---|--|-----------------------|
| Piel de granada | Antifúngico | AEC: DEAE-celulosa (200 x 50 mm); Tris-HCl 10 mM (pH 7.3) Cromatografía de afinidad (200 x 25 mm); Tris-HCl 10 mM (pH 7.3) con NaCl 1.5 M; λ_{280} SEC: Superdex 75 HR 10/30; NH ₄ HCO ₃ 2 M (pH 8.5); 0.5 mL/min; λ_{280} UF: 3, 5 y 10 kDa | Degradación secuencial de Edman | IHWEDKD | Gao y col., 2009 |
| Hueso de aceituna | Antioxidante Antihipertensiva | | RPC-ESI-Q-TOF MS | Identificados 12 péptidos en la fracción con mayor actividad antioxidante y 10 en la fracción con mayor actividad antihipertensiva | Esteve y col., 2015 |
| SUBPRODUCTOS DEL PROCESADO DE CEREALES | | | | | |
| Subproducto de la industria cervecera | Antibacteriana | - | - | - | Koilar y col., 2013 |
| Subproducto de la elaboración de sake a partir de arroz | Prevenición de amnesia y demencia | SPE: C18; 60% ACN RPC: Prep Nova-Pak HR C18; FM B: ACN/0.1% TFA; 20-35% B en 20 min; 5 mL/min SEC: Asabipak GS 320; H ₂ O; 5 mL/min RPC: μ -Bondasphere C4; FM B: ACN/0.1% TFA; 30-45% B en 20 min; 5 mL/min RPC: Capcell Pak C18; FM B: ACN/(NH ₄) ₂ CO ₃ 10 mM; 11-29% B en 20 min; 5 mL/min RPC: μ -Bondasphere C4; FM B: ACN/0.02% TFA; 40-45% B en 20 min; 5 mL/min | Degradación secuencial de Edman MALDI-TOF MS | SPFWNINA; LSPFWNINA; LLSPFWNINA | Saito y col., 1997 |
| Subproducto de extracción almidón de arroz | Antioxidante | SEC: Superdex peptide 10/300 GL, acetato de sodio 10 mM (pH 7.5); 0.5 mL/min; λ_{214} , λ_{254} y λ_{280} | RPC-ESI-QTOFMS | Identificados 46 péptidos de 450-4500 Da en las fracciones más activas | Dei Piu' y col., 2014 |
| Subproducto del procesamiento del trigo | Antihipertensiva | SPE: C18; 10% MeOH SEC: Superdex 75HR (300 x 100 mm); 30% ACN/0.1 % TFA; 0.5 mL/min; Viny., 100 μ L; λ_{220} RPC: Jupiter C4 (250 x 10 mm); FM B: ACN/0.1% TFA; 0-35% B en 30 min; 4.0 mL/min; Viny., 50 μ L; λ_{220} RPC: Jupiter C18 (250 x 10 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, FM B: ACN/0.1% TFA; 0-35% B en 30 min; 4.0 mL/min; Viny.; 50 μ L; λ_{220} | MALDI-TOF MS Degradación secuencial de Edman | LQP; IQP; LRP; VY; YI; TF | Nogata y col., 2009 |
| Subproducto del procesamiento del maíz | Antihipertensiva | UF: 10 y 1 kDa RPC: XBridge BEH130 C18 (250 x 4.6 mm); FM A: H ₂ O/0.1% TFA, FM B: 80% ACN/0.1% TFA; 0-5% B durante 10 min, 5-9% B en 15 min, 9-15% B en 10 min, 15% B durante 20 min, 15-40% B en 45 min; 40-50% B en 5 min, 50% B durante 5 min; 0.6 mL/min; λ_{220} | ESI-QTOF MS | AY | Lin y col., 2011 |

| OTROS SUBPRODUCTOS DE ORIGEN VEGETAL | | | | |
|--|--|--|--|-----------------------------|
| Semilla de Chile Antifúngico | CEC: CM-Sepharose (500 x 15 mm); PBS 0.02 M (pH 8.0) + NaCl; 0-1 M NaCl; 50 mL/h RPC: C2/C18 ST 4.6/100; FM A: H ₂ O/0.065% TFA/2% ACN, FM B H ₂ O/ACN 80%/0.05% TFA; 0 % B durante 10 min, 0-100 % B en 45 min; 0.5 mL/min; λ_{230} | Degradación secuencial de Edman | EPRNPEIETISYSVAPSV QCPRCSQQFQAKQLRCSCQ | Ribeiro y col., 2007 |
| Semilla de Chile Antifúngico | AEC: DEAE-Sepharose (200 x 30 mm); Tris-HCl 0.02 M (pH 8.0) + 1 M NaCl; 60 mL/h; λ_{230} CEC: CM-Sepharose (500 x 15 mm); PBS 0.02 M (pH 8.0) + NaCl; 0-1 M NaCl; 50 mL/h; λ_{230} SEC: Sephacryl S-100 (700 x 16 mm); Tris-HCl 50 mM (pH 8.0) RPC: C2/C18 ST 4.6/100; FM A: H ₂ O/0.065% TFA/2% ACN, FM B H ₂ O/80%ACN/0.05% TFA; 0 % B durante 10 min, 0-100 % B en 45 min; 0.5 mL/min; λ_{230} | Degradación secuencial de Edman MALDI-TOF MS | Identificados péptidos de 4721, 9461 y 9461 Da en la fracción más activa | Diz y col., 2006 |
| Subproducto de la extracción de aceite de semilla de girasol | Cromatografía de afinidad con ACE inmovilizada en un soporte de agarosa RPC: C18 (250 x 10 mm); H ₂ O/ACN/0.1 % TFA; 0-30% B en 50 min; 4 mL/min; 30 °C; Viny., 100 μ L; λ_{215} RPC: C18 (4.6 x 250 mm); H ₂ O/ACN/0.1 % TFA; 0-30% B en 50 min; 4 mL/min; 30 °C; Viny., 50 μ L | Degradación secuencial de Edman | | Megias y col., 2009 |
| Subproducto de la elaboración de leche de soja (okara) | UF: 1, 3 y 5 kDa SEC: Superdex peptide 10/300 GL (550 x 20 cm); (NH ₄)HCO ₃ (pH 9.1); 0.5 mL/min; Viny., 100 μ L | RPC-ESI-IT MS | | Jiménez-Escrig y col., 2010 |
| Subproductos del procesamiento de bambú | UF: 5 kDa IEC: H ₂ O y 70% EtOH; 60 mL/min; λ_{270} SEC: Sephadex G-15 (100 x 1.6 mm); H ₂ O; 60 mL/min; λ_{220} RPC: Hedera C18 (300 x 10 mm); FM A, H ₂ O/0.05% TFA; FM B, ACN/0.05% TFA; 5-20% B en 5 min, 20-30% B en 5 min, 30-90% B en 5 min; 35 °C; λ_{220} | RP-UPLC-QqQ MS | DY | Liu y col., 2013 |
| Piel de patata | UF: 3, 5 y 10 kDa SPE: cartuchos C18; 2-60% ACN/0.1%TFA en 45 min RPC: Nucleosil 300-5C-18 (250 x 4 mm); FM A: H ₂ O/0.05%TFA, FM B: 90% ACN/0.05% TFA; 2-60 % B en 55 min; 1 mL/min; Viny., 100 μ L; λ_{214} | MALDI-TOF MS | - | Pihlanto, 2008 |

FM: fase móvil; UF: ultrafiltración; SEC: cromatografía de exclusión molecular; IEC: cromatografía de intercambio iónico; CEC: cromatografía de intercambio catiónico; AEC: cromatografía de intercambio aniónico; RPC: cromatografía en fase inversa; SPE: extracción en fase sólida; ACN: acetonitrilo; TFA: ácido trifluoroacético; PBS: tampón fosfato; AA: ácido acético; MALDI: desorción/ionización con láser asistida por matriz; ESI: ionización por electrospray, QqQ: triple cuadrupolo, FAB: Bombardeo con átomos rápidos, TOF: tiempo de vuelo; SDS-PAGE: electroforesis en gel de poliacrilamida con dodecil sulfato de sodio.

* Se han incluido todos los parámetros que estaban disponibles en el artículo original.

La primera etapa de purificación normalmente conlleva la utilización de técnicas de baja resolución como la ultrafiltración (UF), el isoelectroenfoque OFFGEL, la cromatografía de exclusión molecular (SEC) o la cromatografía de intercambio iónico (IEC). Un fraccionamiento más fino se obtiene a partir de las fracciones anteriores utilizando técnicas de alta resolución como la cromatografía en fase inversa (RPC) (Figura 1).

4.1. Extracción en fase sólida

La extracción en fase sólida se utiliza frecuentemente como un paso previo a la purificación con fines a limpiar la muestra, a concentrar los analitos o a reducir la complejidad de la muestra. Es habitual utilizar cartuchos de extracción en fase sólida con fases C18 (Saito y col., 1997; Nogata y col., 2009; De Simone y col., 2009). Pengnuam y col. (2013) utilizaron un cartucho de intercambio catiónico fuerte como última etapa en la purificación de péptidos antioxidantes. Los autores obtuvieron diez fracciones utilizando concentraciones crecientes de formiato de amonio (pH 3.6) como medio de elución.

4.2. Ultrafiltración

La UF es una técnica sencilla y rápida que no requiere de un equipamiento sofisticado. Se trata de una técnica de baja resolución que se emplea para fraccionar los extractos peptídicos en función del tamaño de los péptidos o para preconcentrarlos. Para ello, se utilizan membranas o filtros de corte con tamaños de poro controlado siendo los más habituales, dado el tamaño de los péptidos bioactivos, los filtros de 1, 3, 5 y 10 kDa. En general, los hidrolizados que contienen los péptidos de menor tamaño son los que presentan mayor bioactividad. Por ejemplo, las fracciones de < 3 kDa fueron las que mostraron la mayor capacidad para inhibir la ACE en péptidos obtenidos a partir de sangre de pollo (Huang y Liu, 2010), de vísceras de aves (Jamdar y col., 2012), de semillas de albaricoque (Zhu y col., 2010) y de aceituna (Esteve y col., 2015), y de plumas de pollo (Fontoura y col., 2014). La Figura 2 muestra la capacidad para inhibir la ACE del extracto completo obtenido con termolisina a partir de la semilla de la aceituna y de tres fracciones obtenidas por UF (> 5 kDa, 3-5 kDa y < 3 kDa) a partir de este extracto. Como se observa, los péptidos antihipertensivos quedaban concentrados en la fracción de menos de 3 kDa (Esteve y col., 2015).

Aunque la UF es una técnica que carece de selectividad, especialmente para bajos pesos moleculares, es muy empleada como paso previo a una purificación más exhaustiva (Schratter, 2004). Un problema adicional de

la UF es la baja recuperación de los péptidos separados que frecuentemente quedan retenidos en los filtros.

4.3. Isoelectroenfoque (OFFGEL)

La separación de los péptidos en función de su punto isoelectrico (pH para el cual la carga neta de la molécula es nula) a nivel preparativo ha sido posible gracias a la introducción de equipos que permiten recoger las fracciones separadas. Para ello, se utilizan anfolitos que permiten establecer el gradiente de pH necesario para separar los péptidos y tiras con pocillos, cada uno con pH diferente, donde quedan separados los péptidos. Al aplicar un elevado potencial entre los extremos de las tiras, los péptidos cargados junto a los anfolitos migran a través de los pocillos hasta que alcanzan un pH igual a su punto isoelectrico donde quedan confinados. Aunque, en principio, está técnica constituye una alternativa a las anteriores, es importante resaltar el hecho de que es necesario la utilización de anfolitos y, en muchas ocasiones, estos anfolitos pueden interferir en los ensayos de medida de la actividad de los péptidos aislados (Esteve y col., 2015). Esta técnica ha sido empleada en el fraccionamiento de péptidos inhibidores de la ACE y antioxidantes a partir del residuo obtenido tras la extracción del aceite de palma (Zarei y col., 2014).

4.4. Cromatografía de exclusión molecular

La SEC es también una técnica de baja resolución que se utiliza habitualmente en la separación de péptidos en función de su tamaño. SEC utiliza fases estacionarias constituidas por partículas de un material que contiene poros con diámetro controlado. Cuando la mezcla de péptidos pasa a través de la fase estacionaria estos son eluidos por orden decreciente de tamaño molecular. Como se observa en la Tabla 1, las fases estacionarias más empleadas en la purificación de péptidos bioactivos a partir de residuos de la industria agroalimentaria son las Sephadex que están constituidas por un polímero de dextrano entrecruzado con epíclorohidrina. Entre ellas destaca la Sephadex G-10 con un límite de permeación de 0.7 kDa, la Sephadex G-15, con un límite de permeación de 1.5 kDa, la Sephanex G-25, utilizada para fraccionar péptidos de entre 1-5 kDa, la Sephadex G-50, para separar péptidos de entre 8-10 kDa y la Sephadex LH-20, preparada por hidroxipropilación de dextranos lo que permite su utilización con disolventes acuosos y disolventes orgánicos polares y la separación de compuestos de naturaleza hidrofílica y lipofílica. Otro relleno polimérico que también se ha empleado en SEC es el dextrano entrecruzado con agarosa como la Superdex Peptide (0.1-7 kDa) y la Superdex 75HR (3-70 kDa). Esta fase estacionaria

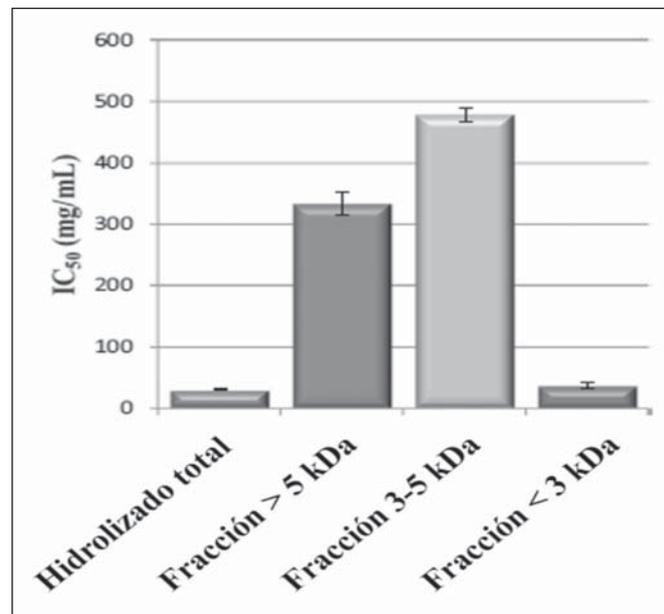


Figura 2. Comparación de la capacidad para inhibir la ACE del hidrolizado con termolisina a partir de la semilla de la aceituna y de tres fracciones obtenidas por UF (> 5 kDa, 3-5 kDa y < 3 kDa) a partir de este extracto. *Reproducida de Esteve y col., 2015, con autorización.*

permite la obtención de separaciones en SEC con una resolución más alta de lo habitual con este tipo de rellenos. Las fases Sephacryl consisten en dextrano entrecruzado con bisacrilamida y son similares a las Superdex pero con un mayor intervalo de tamaños. Aunque menos habituales, también se han utilizado rellenos de agarosa (Superosa) y de polivinil alcohol (Asahipak GS 320). Además de los rellenos poliméricos también se han utilizado fases estacionarias de sílice como las columnas Zorbax GF-250 (4-400 kDa) y TSK G2000SW (5-15 kDa). Dado que la sílice muestra una menor estabilidad a pH extremos y con fines también a evitar posibles interacciones iónicas con la fase estacionaria, la superficie de la sílice ha sido modificada con grupos diol y estabilizada con metales como el circonio lo que ha permitido la utilización de estas fases hasta un pH de 8.5. La elución se realiza isocráticamente utilizando fases móviles acuosas que pueden contener sales a pH entre 6.0-8.0 aunque también se han empleado condiciones más agresivas como en el caso del aislamiento de péptidos inhibidores de la ACE a partir de la semilla de albaricoque (Zhu y col., 2010). Asimismo, también es posible la utilización de pequeñas proporciones de disolventes orgánicos como en el caso del aislamiento de péptidos inhibidores de la ACE a partir de la piel de cerdo donde se utilizó una fase móvil que contenía un 30% de metanol (Ichimura y col., 2009). Además de ser una técnica sencilla, la SEC también es

compatible con las condiciones utilizadas en la obtención de los hidrolizados.

La detección tanto en cromatografía de exclusión como en el resto de modos cromatográficos se ha realizado preferentemente utilizando detección UV a bajas longitudes de onda (~ 220 nm) o bien a longitudes de onda características de la F (254 nm) o del W y la Y (280 nm).

4.5. Cromatografía de intercambio iónico

La IEC es utilizada frecuentemente después de la SEC y/o UF. La separación tiene lugar mediante la interacción de los péptidos con la fase estacionaria constituida por grupos cargados positiva (cromatografía de intercambio catiónico, CEC) o negativamente (cromatografía de intercambio aniónico, AEC) inmovilizados en una matriz. Con fines a evitar la interacción de las moléculas con la matriz de la fase estacionaria, se han utilizado resinas hidrofílicas como las de base celulósica empleadas en el aislamiento de un péptido antifúngico a partir de piel de granada (Guo y col., 2009). Otras matrices hidrofílicas desarrolladas posteriormente fueron las de agarosa (Sephacryl), las de dextrano (Sephadex) y las poliméricas como las Toyopearl. Como se muestra en la Figura 1, los grupos cargados más empleados son los sulfopropilos (SP) para intercambio catiónico fuerte, los carboximeti-

los (CM) para intercambio catiónico débil, el amonio cuaternario de dietilaminoetilo (DEAE) para intercambio aniónico débil y los dietil-(2-hidroxiopropil)aminoetilos (QAE) y trimetilaminometilos (Q) para intercambio aniónico fuerte (Kim y Kuga, 2002). En este tipo de cromatografía es importante tener controlado el pH ya que la carga de los péptidos se verá afectada. Para ello, es frecuente el empleo de tampones fosfato, Tris-HCl o acetato de amonio. La forma más habitual de elución es utilizando gradientes de fuerza iónica creciente haciendo uso de sales como el NaCl.

Como este modo cromatográfico permite la separación de compuestos en función de su carga, se ha utilizado en la búsqueda de péptidos con capacidad antibacteriana y antifúngica (Froidevaux y col., 2001; Guo y col., 2009), ya que el mecanismo de acción de estos péptidos se fundamenta en interacciones electrostáticas con la superficie de las células patógenas.

4.6. Cromatografía en fase inversa

Debido a que normalmente los péptidos con capacidad antioxidante y antihipertensiva contienen residuos aminoácidos hidrofóbicos, el empleo de la RPC es muy habitual en la separación de estos péptidos. Al ser un modo cromatográfico de alta resolución es frecuente su utilización como último paso en la purificación de los péptidos bioactivos.

La mayor parte de las fases estacionarias empleadas son de sílice modificada con cadenas alquílicas C18, C8 y C4. Los rellenos C18 se utilizan para separar péptidos poco hidrofóbicos y son muy apropiadas para péptidos de pequeño tamaño, mientras que los péptidos más hidrofóbicos y largos se separan mejor con fases ligadas C4 (Puchalska y col., 2015). Adicionalmente, también se han empleado otras fases ligadas como la feniletíl, utilizada en la separación de péptidos inhibidores de la ACE a partir de huesos de pollo (Nakade y col., 2008). En algunas ocasiones, como se puede ver en la Tabla 1, se utilizan diferentes columnas de cromatografía en fase inversa con diferentes dimensiones o selectividad para conseguir el aislamiento de un número limitado de los péptidos bioactivos (Saito y col., 1997; Nakade y col., 2008; Nogata y col., 2009; Megías y col., 2009; Lee y col., 2012).

La elución de los péptidos se realiza mediante la utilización de gradientes con una fase móvil acuosa como fase móvil A y un disolvente orgánico polar como fase móvil B. El acetonitrilo (ACN) es el modificador orgánico más empleado aunque también son muy utilizados disolventes como el metanol, etanol e isopropanol. Es

habitual la adición a la fase móvil de un reactivo formador de pares iónicos para potenciar la interacción de los péptidos con la fase estacionaria apolar. El ácido trifluoroacético (TFA) es el reactivo formador de pares iónicos más empleado por ser el que mejores separaciones proporciona, por ser miscible con las fases orgánicas y transparente a la radiación UV, y por ser un compuesto muy volátil lo que facilita su eliminación por liofilización. Otros agentes formadores de pares iónicos utilizados son el ácido acético, el ácido fosfórico y el ácido heptafluorobutírico. También se han utilizado sales de acetato de amonio y carbonato de amonio. En ocasiones, la misma columna de RPC se utiliza para realizar una primera separación con unas determinadas condiciones de gradiente y fase móvil seguida de una segunda separación con la misma columna pero con un gradiente o fases móviles distintas lo que permite separar una fracción de los péptidos iniciales (Kim y col., 2001a; Yu y col., 2006; Nakade y col., 2008).

4.7. Cromatografía de afinidad

La cromatografía de afinidad fue empleada por Guo y col. (2009) para el aislamiento de un péptido antifúngico a partir de la piel de la granada. A pesar de ello, no es una técnica habitualmente incluida en el proceso de fraccionamiento de péptidos bioactivos.

Como ejemplo, la Figura 3 muestra el fraccionamiento de péptidos antioxidantes a partir de cuerno de búfalo (Liu y col., 2010). SEC permitió obtener cuatro fracciones (1, 2, 3 y 4) observando la mayor actividad antioxidante en la fracción 3. La fracción 3 fue posteriormente separada en tres fracciones (I, II y III) utilizando AEC y observando la mayor actividad antioxidante para las fracciones II y III que finalmente se separaron por RPC. La RPC permitió la purificación de dos péptidos en la fracción II y un péptido en la fracción III que posteriormente fueron identificados.

5. TÉCNICAS ANALÍTICAS EMPLEADAS PARA LA IDENTIFICACIÓN DE LOS PÉPTIDOS BIOACTIVOS PROCEDENTES DE SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA AGROALIMENTARIA

Tras el fraccionamiento de los péptidos y el estudio de las actividades *in vitro* de éstos, la siguiente etapa suele ser la identificación de los péptidos que han mostrado las mayores actividades. La electroforesis en gel de poliacrilamida con dodecil sulfato de sodio (SDS-PAGE) se ha utilizado para estimar la masa molecular de los péptidos

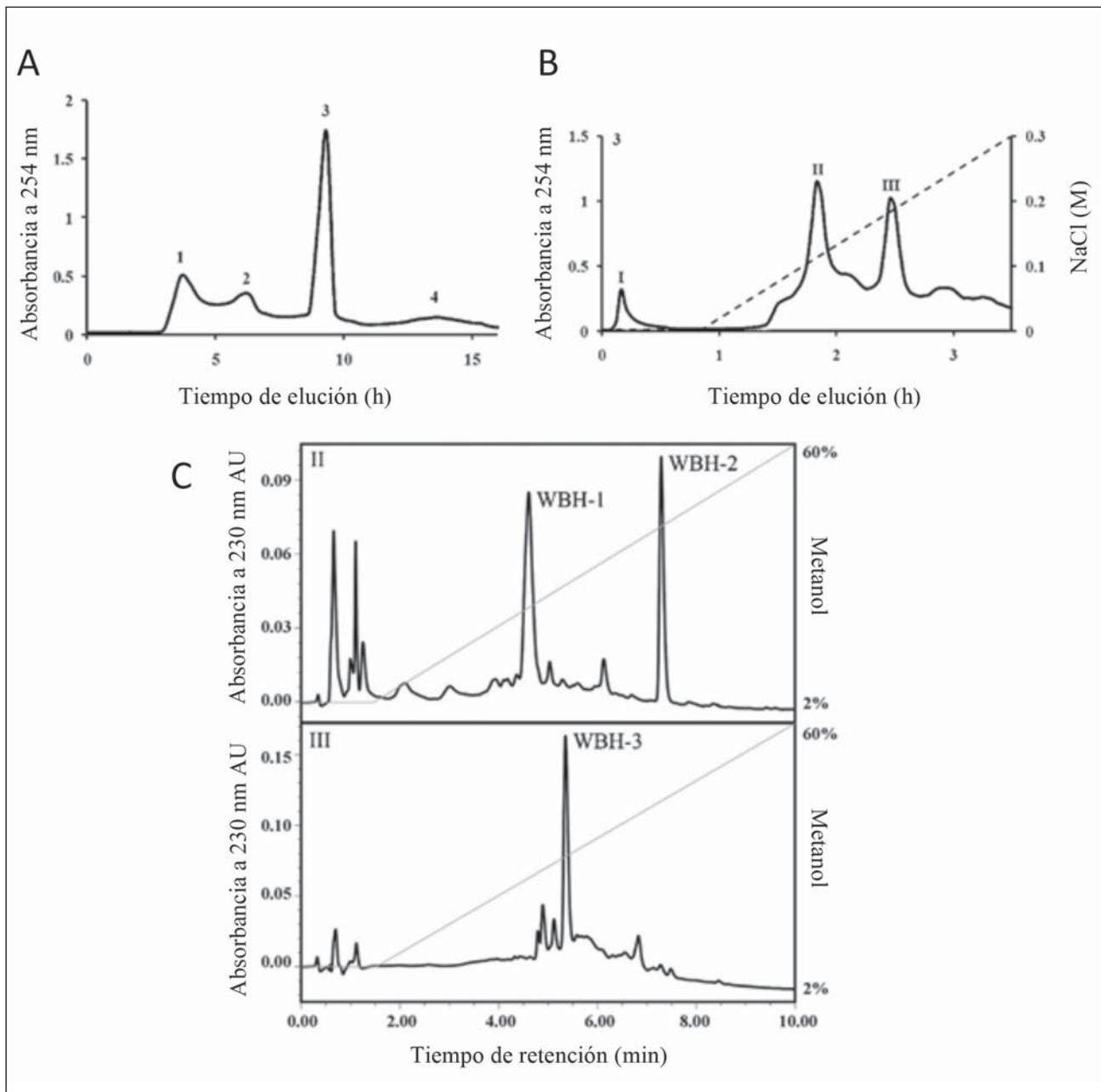


Figura 3. Purificación de tres péptidos con actividad antioxidante a partir de un hidrolizado de cuerno de búfalo utilizando cromatografía de exclusión molecular (A) seguida de cromatografía de intercambio aniónico (B) y cromatografía en fase inversa (C). *Reproducida de Liu y col., 2010, con autorización.*

obtenidos e incluso para monitorizar la hidrólisis de las proteínas de partida. Por otra parte, la degradación secuencial de Edman es una técnica robusta que se ha utilizado para la identificación de la secuencia de los péptidos aunque hoy en día está en desuso. En esta técnica, el residuo N-terminal del péptido se marca con fenilisotiocianato (en medio básico), se separa del péptido por

hidrólisis (en medio ácido) y se detecta. Este proceso se repite con todos los aminoácidos que constituyen el péptido por lo que es un método tedioso y largo. Además, no es posible la secuenciación de péptidos cuyo residuo N-terminal se encuentre bloqueado (por ejemplo por un grupo amino acetilado, formilado, etc). Además, el rendimiento de la técnica no es del 100 % y, por tanto, cuando

se llevan a cabo muchos ciclos (más de 50 aminoácidos analizados) se incrementa la probabilidad de errores (Nehete y col., 2013). La degradación de Edman se puede llevar a cabo manualmente o mediante secuenciadores automáticos de proteínas y/o péptidos (Nakade y col., 2008; Saiga y col., 2008; Ichimura y col., 2009). Esta técnica se ha empleado en la identificación de péptidos antioxidantes e inhibidores de la ACE obtenidos de la piel de vaca (Kim y col., 2001a y b), de péptidos inhibidores de la ACE procedentes de subproductos del huevo (Pokora y col., 2014), de péptidos con propiedades antifúngicas obtenidos a partir de semillas de chile y de piel de granada (Diz y col., 2006; Ribeiro y col., 2007; Guo y col., 2009) y de péptidos inhibidores de la ACE procedentes del residuo que queda tras la extracción del aceite de girasol (Megías y col., 2009).

Hoy en día, es habitual utilizar la espectrometría de masas (MS) en el modo de ionización positivo para realizar la secuenciación de péptidos. Aunque se ha utilizado la ionización mediante el bombardeo con átomos rápidos (FAB) (Piot y col., 1992) y la desorción/ionización con láser asistida por matriz (MALDI), la ionización por electrospray (ESI) ha sido el modo de ionización más usual dada la posibilidad de acoplamiento a técnicas de separación como RPC y la cromatografía de interacción hidrofílica (HILIC). En el caso de la utilización de RPC, es importante tener en cuenta que el TFA es un reactivo no adecuado cuando se realiza detección por espectrometría de masas por ser un importante supresor de la señal y formar fuertes pares iónicos con los péptidos que son difíciles de romper en las condiciones en las que tiene lugar la ionización (García, 2005). HILIC se utiliza para separar compuestos de naturaleza hidrofílica no solubles en medios apolares como los empleados en cromatografía en fase normal. Es un modo muy adecuado para la separación de péptidos de pequeño tamaño o muy hidrofílicos que difícilmente se retienen en las columnas de fase inversa. La elución se realiza con gradientes en los que la fase móvil A es acetonitrilo o metanol y la fase móvil B es agua. Es también habitual la adición de una sal (acetato o formiato de amonio) con fines a mejorar la separación. Estas fases móviles son completamente compatibles con la detección por MS con lo que HILIC se ha convertido en un modo complementario a la RPC en la identificación de péptidos bioactivos. González-García y col. (2015) y Vázquez-Villanueva y col. (2015a y b) utilizaron tanto RPC como HILIC acoplada a MS/MS con fines a obtener una identificación completa de los péptidos bioactivos encontrados en extractos peptídicos procedentes de huesos de ciruela y melocotón. La Figura 4 muestra la separación de un mismo extracto peptídico por RPC e HILIC y la identificación por MS en tándem de un péptido. El

cromatograma total de iones obtenido por RPC mostraba un número de señales mayor que el que se observaba en el cromatograma obtenido con HILIC. No obstante, la utilización de HILIC permitió la detección de algunos picos que no se podían observar cuando la separación se realizaba por RPC (Vázquez Villanueva y col., 2015a). Este hecho se ilustra en la Figura 5 que muestra un diagrama de Venn que compara los péptidos identificados por RPC- e HILIC-ESI-QTOF MS del hidrolizado de la semilla de melocotón obtenido con la enzima termolisina, que mostraba la mayor capacidad antioxidante (Vázquez-Villanueva y col., 2015a). Los péptidos identificados presentaban una gran cantidad de residuos de aminoácidos hidrofóbicos y aromáticos, muy comunes entre péptidos con capacidad antioxidante.

En relación a los analizadores de masas, se han utilizado tanto el cuadrupolo (Q) como la trampa de iones (IT), el tiempo de vuelo (TOF) y sistemas híbridos como el Q-TOF, el TOF-TOF y el QqQ. Algunos autores han realizado una identificación tentativa de péptidos bioactivos a partir del valor de la masa detectada utilizando un solo analizador de masas. Sin embargo, la espectrometría de masas en tándem utilizando sistemas híbridos es la estrategia más habitual para la identificación de péptidos. El péptido precursor, seleccionado en el primer analizador, es fragmentado en una celda de colisión y sus fragmentos detectados en función de su relación m/z en un segundo analizador de masas. Aunque existen diferentes mecanismos de fragmentación, la disociación/activación inducida por colisiones (CID) es el más popular. La fragmentación del péptido puede ocurrir en tres posiciones diferentes generando dos tipos de fragmentos según si la carga ha quedado en la posición N-terminal (iones a_n , b_n , c_n) o C-terminal (iones x_n , y_n , z_n) del péptido. En el caso de CID, son iones tipo b_n y tipo y_n los que mayoritariamente se generan (Hughes y col., 2010). Los espectros de MS/MS se interpretan a partir del análisis de los patrones de fragmentación. Dado que la interpretación manual es tediosa y lenta, se han desarrollado bases de datos con los proteomas identificados que facilitan en gran medida la secuenciación. Para ello, se emplean motores de búsqueda como MASCOT, PEAKS, mMass o SEQUEST. Cuando las bases de datos no contienen la secuencia de las proteínas de interés, la secuencia de los péptidos ha de ser obtenida mediante secuenciación *De novo*.

La espectrometría de masas, por lo general, no permite diferenciar entre aminoácidos isobáricos como K y Glutamina (Q) que presentan masas muy similares y L e isoleucina (I) que presentan masas idénticas, aunque Liu y col. (2010) destacan que los análisis de masa exacta obtenidos con MALDI-TOF-TOF MS permitieron

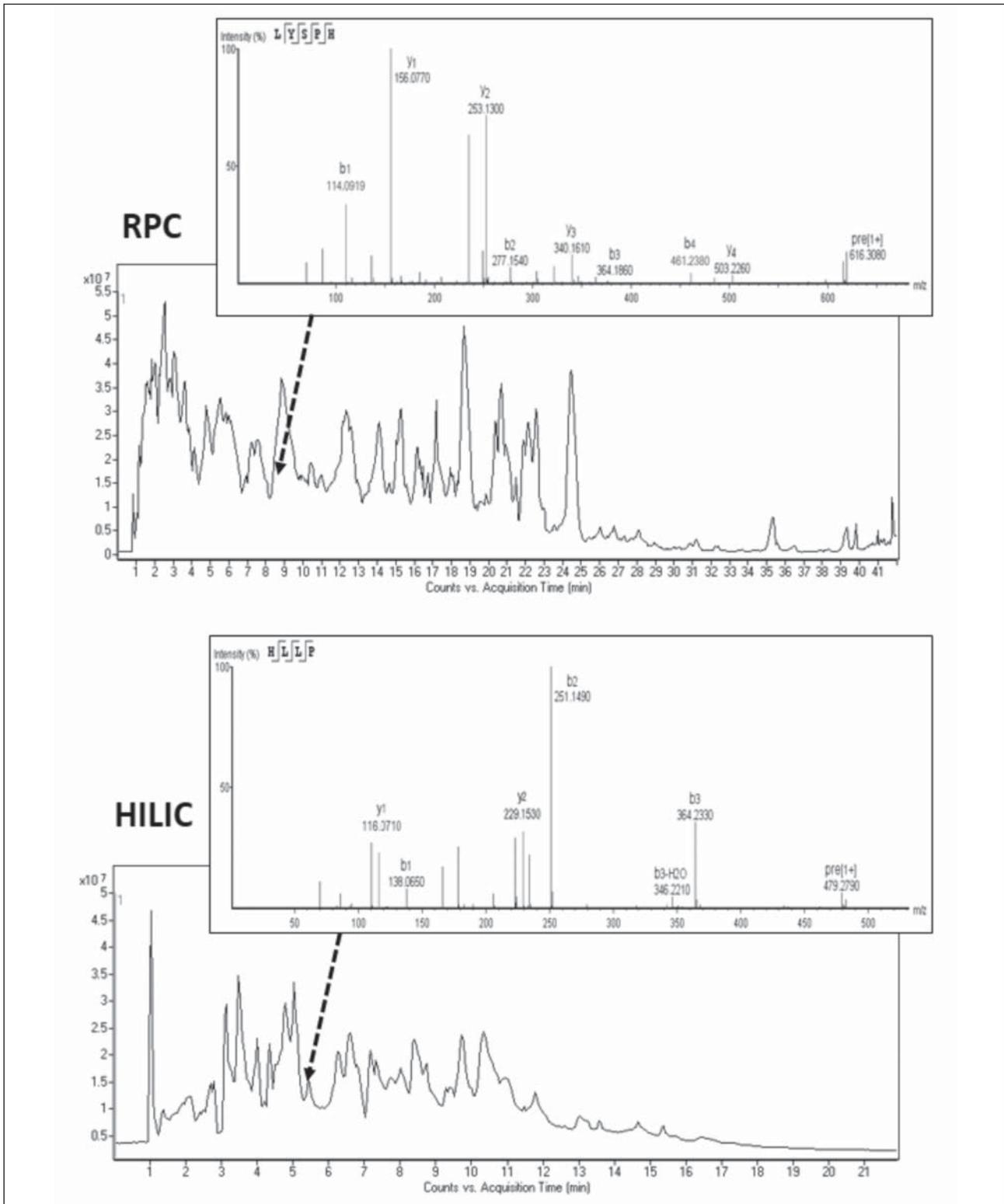


Figura 4. Cromatogramas de iones totales obtenidos por HPLC-ESI-Q-TOF MS en los modos RPC (imagen superior) e HILIC (imagen inferior) para la fracción de < 3 kDa, procedente de la semilla contenida en el hueso de melocotón, que mostró mayor capacidad para inhibir la ACE. Se incluyen en ambos casos, a modo de ejemplo, los espectros de fragmentación correspondientes a los péptidos LYSPH y HLLP.

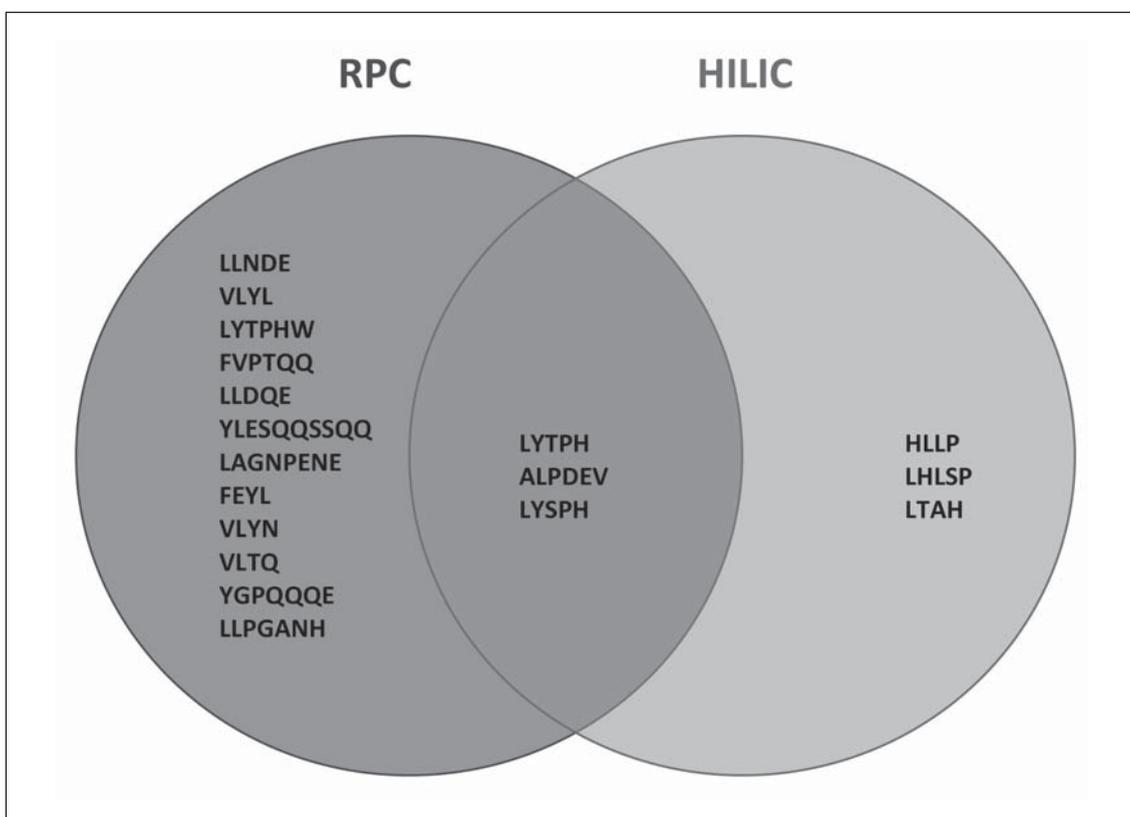


Figura 5. Diagrama de Venn para los péptidos identificados por HPLC-ESI-Q-TOF en los modos de RPC e HILIC del hidrolizado completo procedente de la semilla de melocotón y obtenido con la enzima termolisina, que mostró la mayor capacidad antioxidante (datos tomados de *Vásquez-Villanueva y col., 2015b*).

distinguir entre K y Q y además mediante el uso de CID fue posible también distinguir entre L e I, para péptidos contenidos en el cuerno de búfalo.

Otra técnica, aunque menos utilizada, para la determinación de la estructura molecular del péptido es la resonancia magnética nuclear (NMR). Esta técnica se ha empleado en el análisis de péptidos antioxidantes procedentes de residuos de piñón (*Phengnuam y col., 2013*) y antibacterianos del residuo de la extracción del aceite de palma (*Tan y col., 2013*), aunque hay que señalar que ha sido utilizada como técnica adicional a la MS y nunca para sustituirla.

6. CONCLUSIONES

Una estrategia de creciente interés con fines a revalorizar residuos procedentes de la industria agroalimentaria es la obtención de sustancias con alto valor añadido como los péptidos bioactivos. Se han desarrollado metodologías analíticas que han permitido la obtención preferente de

péptidos antihipertensivos (inhibidores de la enzima convertidora de la angiotensina), péptidos antioxidantes y péptidos antibacterianos a partir de subproductos del procesado de la carne de vaca, de cerdo y de aves de corral, a partir de subproductos del procesado del huevo, a partir de subproductos del procesado de productos lácteos, de la extracción de aceites vegetales, huesos y pieles de fruta, etc. El aislamiento de péptidos bioactivos requiere la extracción inicial de las proteínas de las que proceden, la liberación de los péptidos, generalmente mediante hidrólisis enzimática, y su purificación. Dada la complejidad de los hidrolizados obtenidos, es necesaria la utilización de más de una etapa de purificación empleando tanto técnicas de baja resolución como la ultrafiltración, la cromatografía de exclusión molecular o la cromatografía de intercambio iónico, como técnicas de alta resolución como la cromatografía en fase inversa. Tras el aislamiento y estudio de la bioactividad de los péptidos es habitual su identificación mediante espectrometría de masas en tándem o técnicas de separación acopladas a espectrometría de masas. Los trabajos realizados demuestran que los residuos de la industria agroalimentaria constituyen una

fuente importante de péptidos bioactivos de interés tanto en la industria farmacéutica o cosmética como en la propia industria agroalimentaria en la cual se pueden utilizar con el fin de obtener alimentos con alto valor añadido por sus propiedades beneficiosas para la salud que se suman a las propiedades nutritivas inherentes a los alimentos. A estas ventajas hay que añadir la reducción del coste económico y medioambiental asociado a la eliminación de los residuos no reutilizados.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida del Ministerio de Economía y Competitividad (proyecto AGL2012-36362) y de la Comunidad de Madrid y Programa Europeo FEDER (S2013/ABI-3028, AVAN-SECAL).

7. BIBLIOGRAFÍA

- Adje, E. Y., Balti, R., Kouach, M., Guillochon, D., Nedjar-Arroume, N. *Eur. Food Res. Technol.* (2011), 232, 637-646.
- Ajibola, C. F., Fashakin, J. B., Fagbemi, T. N., Aluko, R. *E. Int. J. Mol. Sci.* (2011), 12, 6685-6702.
- Ajila, C. M., Brar, S. K., Verma, M., Tyagi, R. D., Godbout, S., Valero, J. R. *Crit. Rev. Biotechnol.* (2012), 32, 382-400.
- André, C., Castanheira, I., Cruz, J. M., Paseiro, P., Sanches-Silva, A. *Trends Food Sci. Tech.* (2010), 21, 229-246.
- Atkinson, A. B., & Robertson, J. I. *Lancet*, (1979), 2, 836-839.
- Barbosa-Pelegrini, P., Del Sarto, R. P., Silva, O. N., Franco, O. L., Grossi-De-Sa, M. F. *Biochem. Res. Int.* (2011) 2011, 1-9.
- Chang, C., Wu, K., Chiang, S. *Food Chem.* (2007), 100, 1537-1543.
- Cheng, F. Y., Wan, T. C., Liu, Y. T., Chen, C. M., Lin, L. C., Sakata, R. *Anim. Sci. J.* (2009), 80, 91-97.
- Cheung, H. S., Wang, F. L., Ondetti M.A., Sabo, E. F., Chusman D.W. *J. Biol. Chem.* (1980), 255, 401-407.
- Cudic, M., Otvos, L. Jr. *Curr. Drug Targets*, (2002), 3, 101-106.
- Daoud, R., Dubois, V., Bors-Dodita, L., Nedjar-Arroume, N., Krier, F., Chihib, N. E., Guillochon, D. *Peptides* (2005), 26, 713-719.
- De Simone, C., Picariello, G., Mamone, G., Stiuso, P., Dicitore, A., Vanacore, D., Ferranti, P. *J. Pept. Sci.* (2009) 15, 251-258.
- Dei Piu', L., Tassoni, A., Serrazanetti, D. I., Ferri, M., Babini, E., Tagliacruzchi, D., Gianotti, A. *Food Chem.* (2014), 155, 199-206.
- Di Bernardini, R., Harnedy, P., Bolton, D., Kerry, J., O'Neill, E., Mullen, A. M., Hayes, M. *Food Chem.* (2011), 124, 1296-1307.
- Diz, M. S. S., Carvalho, A. O., Rodrigues, R., Neves-Ferreira, A. G. C., Da Cunha, M., Alves, E. W., Gomes, V. M. *Biochim. BBA-Gen Subjects* (2006), 1760, 1323-1332.
- Eckert, E., Zambrowicz, A., Pokora M., Setner, B., Dabrowska, A., Szoltysik M., Szewczuk, Z., Polanowski, A., Trziszka, T., Chrzanowska, J. *J. Proteomics* (2014), 110, 107-116.
- Esteve, C., Marina, M. L., García, M. C. *Food Chem.* (2015), 167, 272-280.
- Fitzgerald, R. J., Murray, B. *Int. J. Dairy Technol.* (2006), 59, 118-125.
- Folmer Corrêa, A. P., Daroit, D.J., Fontoura, R., Mister Meira, S.M., Segalin, J., Brandelli, A. *Peptides* (2014), 61, 44-55.
- Fontoura, R., Daroit, D. J., Correa, A. P. F., Meira, S. M. M., Mosquera, M., Brandelli, A. *New Biotechnol.* (2014), 31, 506-513.
- Froidevaux, R., Krier, F., Nedjar-Arroume, N., Vercaigne-Marko, D., Kosciarz, E., Ruckebusch, C., Guillochon, D. *FEBS Lett.* (2001), 491, 159-163.
- García, M. C. *J. Chromatogr. B* (2005), 825, 111-113.
- García, M. C., Endermann, J., González-García, E., Marina, M. L. *J. Agric. Food. Chem.* (2015), 63, 1514-1520.
- González-García, E., Marina, M. L., García, M. C. *J. Funct. Foods* (2014), 11, 428-437.
- González-García E., Puchalska, P., Marina, M. L., García, M. C. *J. Agric. Food Chem.* (Enviado).
- Gu, M., Chen, H., Zhao, M., Wang, X., Yang, B., Ren, J., Su, G. *LWT-Food Sci. Technol.* (2015), 60, 213-220.
- Guo, G., Wang, H. X., Ng, T. B. *Protein Peptide Lett.* (2009), 16, 82-85.
- Hartmann, R., Meisel, H. *Curr. Opin. Biotechnol.* (2007), 18, 163-169.
- Hernández-Ledesma, B., Recio, I., Ramos, M., Amigo, L. *Int. Dairy J.* (2002), 12, 805-812.
- Huang S. C., Liu, P. J. *J. Food Drug Anal.* (2010), 18, 458-463.
- Hughes, C., Ma, B., Lajoie G.A. "De novo sequencing methods in proteomics" en *Proteome bioinformatics* (S. Hubbard y col. Eds.). Humana Press, Canada (2010), p. 105.
- Hwang, J., Shyu, Y., Wang, Y., Hsu, C. *Food Sci. Technol.* (2010), 43, 285-290.
- Ichimura, T., Yamanaka, A., Otsuka, T., Yamashita, E., Maruyama, S. *Biosci., Biotechnol., Biochem.* (2009), 73, 2317-2319.

- Jamdar, S. N., Rajalakshmi, V., & Sharma, A. J. *Food Biochem.* (2012), 36, 494-501.
- Jayathilakan, K., Sultana, K., Radhakrishna, K., & Bawa, A. S. *Int. J. Food Sci. Technol.* (2012), 49, 278-293.
- Jiménez-Escrig, A., Alaiz, M., Vioque, J., Rupérez, P. *Eur. Food Res. Technol.* (2010), 230, 655-663.
- Kim, S., Kim, Y., Byun, H., Park, P., Ito, H. J. *Biochem. Mol. Biol.* (2001a), 34, 219-224.
- Kim, S. K., Byun, H. G., Park, P. J., Shahidi, F. J. *Agric. Food Chem.* (2001b), 49, 2992-2997.
- Kim, U., Kuga, S. J. *Chromatogr. A*, (2002), 955, 191-196.
- Korhonen, H., Pihlanto, A. *Int. Dairy J.* (2006), 16, 945-960.
- Kotlar, C. E., Ponce, A. G., Roura, S. I. *Food Sci. Technol.* (2013), 50, 378-385.
- Lasekan, A., Abu Bakar, F., Hashim, D. *Waste Manage. (N.Y.)* (2013), 33, 552-565.
- Lee, J., Koo, N., Min, D. B. *Compr. Rev. Food Sci. F.* (2004), 3, 21-33.
- Lee, S. J., Kim, Y. S., Kim, S. E., Kim, E. K., Hwang, J. W., Park, T. K., Park, P. J. *J. Agric. Food Chem.* (2012), 60, 10035-10040.
- Li, B., Chen, F., Wang, X., Ji, B., Wu, Y. *Food Chem.* (2007), 1135-1143.
- Lin, F., Chen, L., Liang, R., Zhang, Z., Wang, J. *Food Chem.* (2011), 124, 801-807.
- Liu, L., Liu, L., Lu, B., Chen, M., Zhang, Y. *J. Agric. Food Chem.* (2013), 61, 5526-5533.
- Liu, R., Wang, M., Duan, J. A., Guo, J. M., Tang, Y. P. *Peptides* (2010), 31, 786-793.
- Maróti Gergely, G., Kereszt, A., Kondorosi, É., Mergaert, P. *Res. Microbiol.* (2011), 162, 363-374.
- Megías, C., Pedroche, J., del Mar Yust, M., Alaiz, M., Giron-Calle, J. J. *Food Sci. Technol.* (2009), 42, 228-232.
- Moure, A., Cruz, J. M., Franco, D., Dominguez, J. M., Sineiro, J., Dominguez, H., Parajó, J. C. *Food Chem.* (2001), 72, 145-171.
- Nakade, K., Kamishima, R., Inoue, Y., Ahhmed, A., Kawahara, S. *Anim. Sci. J.* (2008), 79, 710-715.
- Nedjar-Arroume, N., Dubois-Delval, V., Miloudi, K., Daoud, R., Krier, F., Kouach, M., Guillochon, D. *Peptides* (2006), 27, 2082-2089.
- Nehete, J., Bhambar, R., Narkhede, M., Gawali, S. *Pharmacogn Rev.* (2013), 7, 107-116.
- Nogata, Y., Nagamine, T., Yanaka, M., Ohta, H. J. *Agric. Food Chem.* (2009), 57, 6618-6622.
- Phengnuam, T., Goroncy, A. K., Rutherford, S. M., Moughan, P. J., Suntornsuk, W. J. *Agric. Food Chem.* (2013), 61, 11808-11816.
- Pihlanto, A. *Food Chem.* (2008), 109, 104-112.
- Piot, J., Zhao, Q., Guillochon, D., Ricart, G., Thomas, D. *Biochem. Biophys. Res. Commun.* (1992), 189, 101-110.
- Piotrowska, P., Zevenhoven, M., Hupa, M., Giuntoli, J., de Jong, W. *Fuel Process. Technol.* (2013), 105, 37-45.
- Pokora, M., Zambrowicz, A., Dabrowska, A., Eckert, E., Setner, B., Szoltysik, M., Chrzanowska, J. *Food Chem.* (2014), 151, 500-505.
- Puchalska, P., Marina Alegre, M. L., García López, M. C. *Crit. Rev. Food Sci.* (2015), 55, 521-551.
- Restrepo Gallego, M. *Producción + limpia* (2006), 1, 87-101.
- Ribeiro, S. F. F., Carvalho, A. O., Da Cunha, M., Rodrigues, R., Cruz, L. P., Melo, V. M. M., Gomes, V. M. *Toxicon* (2007), 50, 600-611.
- Saiga, A., Iwai, K., Hayakawa, T., Takahata, Y., Kitamura, S., Nishimura, T., Morimatsu, F. *J. Agric. Food Chem.* (2008), 56, 9586-9591.
- Saito, Y., Ohura, S., Kawato, A., Suginami, K. *J. Agric. Food Chem.* (1997), 45, 720-724.
- Saravanan, R. S., Rose, J. K. *Proteomics* (2004), 4, 2522-2532.
- Schratter, P. "Purification and concentration by ultrafiltration" en *Protein purification protocols. Methods in molecular biology* (P. Cutler Ed.). Humana Press, Totowa, EEUU (2004), p. 101.
- Sweeting, M. J., Thompson, S. G., Brown, L. C., Greenhalgh, R. M., Powell, J. T. *J. Vasc. Surg.* (2010), 52, 1-4.
- Tan, Y. N., Ayob, M. K., Matthews, K. R. *J. Food Qual.* (2013), 36, 447-456.
- Théolier, J., Hammami, R., Labelle, P., Fliss, I., Jean, J. *J. Funct. Foods* (2013), 5, 706-714.
- Toldrá, F., Aristoy, M. C., Mora, L., Reig, M. *Meat Sci.* (2012), 92, 290-296.
- Valko, M., Leibfritz, D., Moncol, J., Cronin, M. T. D., Mazur, M., Telser, J. *Int. J. Biochem. Cell Biol.* (2007), 39, 44-84.
- Vázquez-Villanueva, R., Marina, M. L., García, M.C., J. *Funct. Foods* (en prensa, 2015a).
- Vázquez-Villanueva, R., Marina, M. L., García, M. C., J. *Chromatogr. A* (en prensa, 2015b).
- www.prtr-es.es, Ministerio de Medio Ambiente, "Guía de mejoras técnicas disponibles en España del sector de los transformados vegetales" (2006), último acceso: Abril 2015.
- Yu, Y., Hu, J., Miyaguchi, Y., Bai, X., Du, Y., Lin, B. *Peptides* (2006), 27, 2950-2956.
- Zarei, M., Ebrahimpour, A., Abdul-Hamid, A., Anwar, F., Abu Bakar, F. *Food Res. Int.* (2014), 62, 726-734.
- Zhu, Z., Qiu, N., Yi, J. *Eur. Food Res. Technol.* (2010), 231, 13-19.

NOTICIAS DE LA SECyTA

XV REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES (SECyTA2015)

El Instituto Universitario de Plaguicidas y Aguas (IUPA) de la Universitat Jaume I (UJI) de Castellón tiene el placer de organizar la **XV Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA2015)** conjuntamente con la **VII Reunión Nacional de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM2015)**, en un evento único que se celebrará del 27 al 30 de octubre de 2015 en Castellón de la Plana.

SEDE

Universitat Jaume I (UJI)
Av. de Vicent Sos Baynat, s/n
12071 Castelló de la Plana

Programa Científico

El programa científico presentará los últimos desarrollos en técnicas analíticas de espectrometría de masas, de separación cromatográfica y afines, así como sus múltiples acoplamientos y aplicaciones. La reunión combinada está estructurada en cuatro días con conferencias plenarias, invitadas y comunicaciones orales (incluyendo una sesión para jóvenes investigadores), así como sesiones de pósteres, discusión flash de pósteres seleccionados y exposición comercial. Las sesiones incluirán contenidos teóricos e instrumentales, acoplamientos, técnicas *ómicas* así como nuevos tratamientos de muestra y sus aplicaciones para el análisis clínico, farmacéutico, medioambiental y de alimentos, entre otras.

Comité Organizador

Juan Vicente Sancho Llopis, Universitat Jaume I de Castelló (Chair)
Joaquín Beltra Arandes, Universitat Jaume I de Castelló (Co-Chair)
Esteban Abad Holgado, Institut de Diagnòstic Ambiental i Estudis de l'Aigua (CSIC)
Jordi Díaz Ferrero, Instituto Químico de Sarrià, Universitat Ramon Llull
María José González Carlos, Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Belén Gómara Moreno, Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Maria Ibáñez Martínez, Universitat Jaume I de Castelló

Francisco López Benet, Universitat Jaume I de Castelló
Encarnación Moyano Morcillo, Universitat de Barcelona
Elena Pitarch Arquimbau, Universitat Jaume I de Castelló
Tània Portolés Nicolau, Universitat Jaume I de Castelló
Antoni Francesc Roig i Navarro, Universitat Jaume I de Castelló
Roque Serrano Gallego, Universitat Jaume I de Castelló
Juan Solé Ribalta, HiTIC, S.A.
Rosa Ventura Alemany, Institut Hospital del Mar d'Investigacions Mèdiques (IMIM)

Comité Científico

Esteban Abad Holgado, Institut de Diagnòstic Ambiental i Estudis de l'Aigua (CSIC)
Joaquín Beltran Arandes, Universitat Jaume I de Castelló
Jordi Díaz Ferrero, Instituto Químico de Sarrià, Universitat Ramon Llull
Ana M^a García Campaña, Universidad de Granada
María José González Carlos, Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Belén Gómara Moreno, Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Joan Grimalt Obrador, Institut de Diagnòstic Ambiental i Estudis de l'Aigua (CSIC)
Félix Hernández Hernández, Universitat Jaume I de Castelló
Elena Ibáñez Ezequiel, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC)
Begoña Jiménez Luque, Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Encarnación Moyano Morcillo, Universitat de Barcelona
Yolanda Picó García, Universitat de València
Juan Vicente Sancho Llopis, Universitat Jaume I de Castelló
Fco. Javier Santos Vicente, Universitat de Barcelona
M^a Luz Sanz Murias, Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Rosa Ventura Alemany, Institut Hospital del Mar d'Investigacions Mèdiques (IMIM)

Experience the quintessence

El sistema Milli-Q® Integral pone en su mano agua purificada y ultrapura.

- El concepto POD (punto de suministro) dual ahorra espacio convenientemente.
- Reduce gastos de mantenimiento y de agua gracias a la exclusiva tecnología Elix®.

Más información www.millipore.com/ultrapure





INFORMACIONES

Conferenciantes invitados

- **Dr. Facundo M Fernández**
Georgia Institute of Technology, Atlanta (USA)
- **Dr. Pablo Martínez-Lozano Sinues**
ETH Zurich (Switzerland)
- **Prof. Dr. Jana Hajslova**
Institute of Chemical Technology, Prague (Czech Republic)
- **Prof. Coral Barbas**
University of CEU San Pablo, Madrid (Spain)
- **Prof. Dr. Paola Dugo**
University of Messina, Messina (Italy)
- **Dr. José Manuel Florêncio Nogueira**
University of Lisboa, Lisbon (Portugal)
- **Dr. Eric Reiner**
University of Toronto, Toronto (Canada)
- **Prof. Dr. Félix Hernández**
University Jaume I, Castellón (Spain)

Premios

XI Edición de los Premios José Antonio García Domínguez patrocinados por BRUKER. Los premios tienen por objeto reconocer el mérito científico de las comunicaciones sobre Cromatografía y sus Técnicas Afines, tanto orales como póster, presentadas por jóvenes investigadores en la XV Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA), que se celebrará en Castellón de la Plana del 27 al 30 de octubre de 2015. Estos Premios quieren honrar la memoria del Dr. José Antonio García Domínguez, investigador del Instituto de Química-Física Rocasolano (CSIC), pionero de la cromatografía de gases en España y uno de los fundadores del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA, actualmente SECyTA).

El Premio en esta edición estará compuesto por los siguientes galardones:

- Premio a la mejor comunicación oral (800 euros)
- Premio a la segunda mejor comunicación oral (600 euros)
- Premio al mejor cartel (400 euros)
- Premio al segundo mejor cartel (300 euros)

Las bases de los premios se pueden encontrar en <http://www.secytaseem2015.com/premios-secyta/>

Becas

Los jóvenes investigadores que quieran solicitar beca deben hacerlo según los formularios y requisitos establecidos por la Sociedad (<http://www.secyta.seem2015.com/becas-secyta/>). Aquellos jóvenes investigadores que soliciten beca deberán realizar el pago de la inscripción como cualquier otro participante. La solicitud junto con la documentación requerida debe enviarse a la secretaria de la SECyTA: secretaria.secyta@gmail.com

Para más información, contactar con la secretaria de la SECyTA.

Fechas clave

1 de abril de 2015

Apertura envío de comunicaciones e inscripción online

12 de julio de 2015

Fecha límite envío de comunicaciones (Fecha límite envío de comunicaciones extendida hasta el 12 de julio de 2015)

31 de julio de 2015

Comunicación aceptación presentación (oral/póster flash/póster)

Fecha límite inscripción con cuota reducida

Fecha límite solicitud becas para estudiantes

18 de septiembre de 2015

Envío de comunicaciones de última hora que pueden ser incluidas como póster en el Programa Final

27 de octubre de 2015

SECyTA-SEEM2015 en Castellón de la Plana

NUEVOS SOCIOS DE LA SECyTA

1774

Ávila Muñoz, Mónica
Calle Alfonso VIII, 7, bloque 6, 4ºC
28806 ALCALÁ DE HENARES (MADRID)

1775

Pacheco Fernández, M^a Idaira
Camino Guanche - La Florida, 25
38331 LA OROTAVA (SANTA CRUZ DE TENERIFE)

1776

Escobar Arnanz, Juan
Departamento de Análisis Instrumental y Química
Ambiental
IQOG, CSIC
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID

1777

Lorenzo Martínez, María
C/La Reina, 88
03160 ALMORADÍ (ALICANTE)

1778

Carmona Martínez, Eric
Carrer Lluís Vives, 8 - 18
46960 ALDAIA (VALENCIA)

1779

Gil Solsona, Rubén
Novelda, 8, 1º
12006 CASTELLÓN DE LA PLANA

1781

Garlito Molina, Borja
Madre Vedruna, 22, 3ºC
12005 CASTELLÓN DE LA PLANA

1782

Pitarch Motellón, Jorge
Av. Hermanos Bou, 23, 7º 13
12003 CASTELLÓN DE LA PLANA



Queridos lectores,

Os seguimos animando a que participéis en la sección de “Curiosidades Analíticas”, enviándonos algunos problemas que se os hayan presentado en vuestro trabajo del día a día.

Os recordamos que el objetivo principal es que todos veamos los problemas que pueden surgir con la Cromatografía y que no nos sorprendamos de si nos ocurre algo similar.

El Comité Editorial

Samples are complex. Separating them shouldn't be.

Every breakthrough starts with a challenge. We believe that challenge should be your science, not your instrument. The Thermo Scientific™ Vanquish™ UHPLC delivers better separations, more results, and easier interaction than ever before. In 2010 we embraced UHPLC as the standard for all of our liquid chromatography solutions, and we have designed the Vanquish UHPLC as the instrument to solve your chromatographic challenges and achieve that breakthrough.

Vanquish UHPLC System

• Discover more at thermoscientific.com/Vanquish



© 2014 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries.



Thermo Scientific™
Accucore™ Vanquish™ Columns
1.5 μm solid core particles for
unmatched resolution and throughput



Leading Separations for
Mass Spectrometry
Providing that extra level of
confidence with seamless integration



Thermo Scientific™ Dionex™ Chromeleon™
Chromatography Data System
Integrated mass spectrometry support for
single point LC-MS control

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)



IN MEMORIAM: PROF. CLAIRE VIDAL-MADJAR



En enero de este año falleció en París la Profesora Claire VIDAL-MADJAR (El Cairo, 1941). Los que tuvimos la suerte de colaborar con ella sentimos que, además de perder a una científica extraordinaria, hemos perdido una gran amiga. Claire VIDAL MADJAR es un de las grandes figuras de la cromatografía y sus trabajos sobre la teoría y los aspectos fundamentales de la adsorción y absorción en cromatografía de gas-sólido y de gas-líquido, así como la modelización del comportamiento cromatográfico, nos han ayudado a comprender la influencia de los diferentes parámetros que intervienen en la separación cromatográfica de los compuestos químicos.

Empezó su carrera científica en la École Polytechnique de París (1961), bajo la dirección del Prof. G. Guiochon, llevando a cabo estudios pioneros en cromatografía gas-sólido sobre la interacción de gases y vapores sobre negro de carbón grafitizado y sobre compuestos orgánicos cristalinos (diferentes tipos de ftalocianinas) adsorbidos sobre este material. Su interés en las posibilidades de la cromatografía para los estudios físico-químicos de interacción molecular, le llevó a hacer una estancia con el Profesor A.V. Kiselev (Moscú, Academia de Ciencias de la USSR). Una buena parte de su investigación científica en los años que siguieron (1965-1980) estuvo dedicada a poner de manifiesto el potencial de la cromatografía gas-sólido como herramienta de precisión para medir, en condiciones de bajo recubrimiento superficial, parámetros termodinámicos de adsorción de gases y compuestos orgánicos sobre adsorbentes. Estos trabajos continuaron con otros dedicados a la determinación de isotermas y cinéticas de adsorción-desorción de compuestos orgánicos sobre fases estacionarias, utilizando mecánica estadística y modelos de la forma de los picos cromatográficos.

Desde el año 1986 hasta su jubilación en 2006, continuó su investigación en el Laboratorio de Investigación sobre Polímeros (LRP; CNRS, Thiais) bajo la supervisión del profesor Bernard Sébille.

Durante este último periodo, continuó con los estudios de modelización de las cinéticas e isotermas de sorción sobre el desarrollo de fases estacionarias para HPLC (fases macromoleculares de fase inversa con la superficie modificada con polímeros biológicos y las sintetizadas a partir de la fijación de los hexanoferrrocianatos a soportes de sílice/polímero); en la separación de proteínas por electroforesis capilar (EC) y en los últimos años amplió el campo de sus investigaciones al conocimiento en la composición de la materia orgánica de los aerosoles de la atmosfera de Titán, el mayor satélite de Saturno, y a la separación de compuestos halogenados responsables del agujero de la capa de ozono en la Tierra, de los que algunos resultados han sido publicados en revistas tan prestigiosas como Nature.

Siempre tuvo gran número de colaboraciones con otros grupos de investigación nacionales y extranjeros. Pero sin duda las colaboraciones con el grupo español del Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental (AIQA) del IQOG (CSIC) fueron las más prolongadas. Sus colaboraciones con este grupo español comenzaron en el año 1985 cuando la Dra. María José González realizó una estancia postdoctoral de dos años en la École Polytechnique (Palaiseau) bajo su dirección. A partir de 1986, las colaboraciones se establecieron bajo el marco de proyectos de cooperación CSIC y CNRS, que se prolongaron hasta su jubilación en el año 2006. Durante este periodo colaboró con varios investigadores del departamento AIQA, los Drs. María José González, José Carlos Diez Masa, Mercedes de Frutos y Begoña Jiménez, todos ellos muy relacionados con la SECyTA.

La Dra. Vidal-Madjar era una persona admirable, con una mente privilegiada. Hablar con ella sobre ciencia era sumamente enriquecedor por sus continuas ideas brillantes, pero sobre todo por su carácter y su forma de ser. Por su humildad y su buen hacer, pasó por la vida sin casi hacerse notar. Pero los que la hemos conocido a fondo sabemos que ha sido una científica de excelencia. En sus estancias anuales en España a lo largo de casi dos décadas, la hemos visto disfrutar tanto de las investigaciones que realizábamos como de nuestra cultura en sus diferentes manifestaciones a las que asistíamos al caer la tarde (exposiciones, teatro, conciertos,...).

Gracias Claire, por todos los momentos que nos has dado y hemos compartido contigo. Nos unimos al dolor de su familia y a la gran cantidad de amigos de la SECyTA que cosechó durante su vida. Descanse en paz.

José Carlos Diez Masa y María José González

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **HPLC 2015: 42nd International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**
21 - 25 Junio de 2015
Ginebra (Suiza)

Symposium Chair: Prof. Gérard Hopfgartner
Congress Secretariat: Symporg SA
Rue Rousseau 30
CH-1201 Geneve / Switzerland
hplc2015@symporg.ch
<http://www.hplc2015-geneva.org/>
2. **CNIC 2015: 16th International Congress of the National Center for Scientific Research**
22 - 26 Junio de 2015
La Habana (Cuba)

Presidenta Comité Organizador:
Blanca Rosa Hung Llamas
congreso2015@cnic.edu.cu
<http://www.congresocnic2015.sld.cu/>
3. **RDPa 2015: Recent Developments in Pharmaceutical Analysis**
28 Junio - 1 Julio de 2015
Perugia (Italia)

Chair: Benedetto Natalini
rdpa2015@chimfarm.unipg.it
<http://rdpa2015.chimfarm.unipg.it/>
4. **Metabolomics 2015: 11th Official Annual Meeting of the International Metabolomics Society**
29 Junio - 2 Julio de 2015.
San Francisco, California (EE.UU.)
<http://www.metabolomics2015.org>
5. **21st ISSS: 21st International Symposium on Separation Sciences**
30 Junio - 3 Julio de 2015
Liubliana (Eslovenia)

Secretaría:
National Institute of Chemistry,
Laboratory for Food Chemistry
info@iss2015.si
<http://www.iss2015.si>
6. **I3S 2015: 4th International Symposium on Sensor Science**
13 - 15 Julio de 2015
Basilea, Suiza

<http://sciforum.net/conference/I3S2015/>
7. **PREP 2015: 28th International Symposium on Preparative and Process Chromatography**
26 - 29 Julio de 2015
Filadelfia, Pensilvania (EE.UU.)

Chair: Giorgio Carta
Honorary Chair: Georges Guiochon
Ms. Janet Cunningham (PREP Symposium/
Exhibit Manager)
www.LinkedIn.com/in/BarrEnterprises
janet@barrconferences.com
<http://www.prepsymposium.org/>
8. **ITP 2015: 22nd International Symposium on Electro- and Liquid Phase-Separation Techniques. 8th Nordic Separation Science (NoSSS) symposium**
30 Agosto - 3 Septiembre de 2015
Helsinki (Finlandia)

Chair and co-chair: Prof. Marja-Liisa Riekkola and
Prof. Heli Sirén
<http://www.helsinki.fi/itp2015/>
9. **Analytica 2015: 6th International Conference and Exhibition on Analytical and Bioanalytical Techniques**
1 - 3 Septiembre de 2015
Valencia (España)

Organizado por OMICS Group.
Secretaría:
analytica@conferenceseries.net
<http://analytical-bioanalytical.pharmaceuticalconferences.com/index.php>



**Alphagaz CO₂ SFC,
la oferta de
Air Liquide para
cromatografía de
fluidos supercríticos.**

Air Liquide le ofrece a la industria farmacéutica la solución para sus necesidades de CO₂ líquido.

Una oferta que incluye el gas, la instalación y los servicios asociados. De este modo se garantizan la seguridad, fiabilidad y calidad en el suministro del gas de forma continua y estable a través de canalizaciones de distribución certificadas.

Alphagaz CO₂ SFC cumple con la farmacopea europea y se adapta a todos los equipos de SFC.

Confíe sus necesidades de CO₂ líquido a Air Liquide ya que cuenta con una amplia experiencia y tecnología patentada fiable y simple.

Air Liquide, líder mundial de los gases, tecnologías y servicios para la industria y la salud. Gracias a su capacidad de innovación, a la proximidad con sus clientes y a las relaciones a largo plazo impulsa el progreso de la industria.



**El producto, la instalación y los servicios
que su laboratorio necesita**

10. XVIII EUROANALYSIS: 18th European Conference on Analytical Chemistry

6 - 10 Septiembre 2015. Burdeos (Francia)

Conference Co-chairs: Philippe Garrigues y Christian Rolando

<http://www.euroanalysis2015.com>**11. IMA 2015: 9th International Conference on Instrumental Methods of Analysis-Modern Trends and Applications**

20 - 24 Septiembre de 2015

Kalamata (Grecia)

Chairpersons:

Prof. John Kapolos y

Maria Ochsenkühn-Petropoulou

ima2015@teikal.gr

<http://www.ima2015.teikal.gr>**12. EUROFOODCHEM XVIII**

13 - 16 Octubre de 2015

Madrid (España)

Conference chair: Juana Frías

<http://eurofoodchemxviiiimadrid2015.com/index.asp>**13. SECyTA 2015: XV Reunión Científica de la SECyTA y VII Reunión Nacional de la SEEM**

27-30 Octubre 2015. Castellón (España).

Co-chairmen:

Juan Vicente Sancho y Joaquín Beltrán Arandes

Universitat Jaume I de Castelló.

<http://www.secytaseem2015.com/>**14. RAFA 2015: 7th Recent Advances in Food Analysis**

3 - 6 Noviembre de 2015

Praga (República Checa)

Prof. Dr. Jana Hajslova (chair) and Prof. Dr. Michel

Nielen (co-chair)

<http://www.rafa2015.eu/>**15. 31st Montreux Symposium on LC-MS**

4 - 6 Noviembre de 2015

Berlín (Alemania)

Conference Chair:

Prof. Dr. Michael W. Linscheid

Humboldt-Universität zu Berlin

Department of Chemistry

Laboratory of Analytical Chemistry

email: analytik@chemie.hu-berlin.de<http://www.lcms-montreux2015.de/>



ARTÍCULOS DE INTERÉS

ESPECTROMETRÍA DE MASAS EN TÁNDEM CON ANALIZADORES MINIATURIZADOS Y PORTÁTILES

La espectrometría de masas en tándem (MSⁿ) supone la selección de un ion precursor, su fragmentación y el análisis de los iones producto de la fragmentación. De esta manera se mejoran la selectividad y la sensibilidad en comparación con analizadores de masas más sencillos. Esto es así porque los mecanismos de fragmentación son característicos de una molécula o una clase de moléculas específica y porque en los procesos de selección de iones se descartan componentes de la matriz de la muestra que, de otra manera, contribuirían al aumento del ruido químico.

Existen dos modos de trabajo en espectrometría de masas en tándem. En el trabajo con “masas en el espacio”, como el que se realiza en los triples cuadrupolos, la selección del ion precursor, su fragmentación y el análisis de los iones producto se lleva a cabo en subsistemas separados. Trabajando con “masas en el tiempo” el mismo proceso se lleva a cabo como una secuencia dentro de una única trampa de iones.

Los espectrómetros de masas en tándem modernos son capaces de alcanzar límites de detección muy bajos, pero son equipos muy voluminosos, caros y consumen mucha energía. Sin embargo, existen muchas aplicaciones importantes que no requieren tanta sensibilidad como la proporcionada por los espectrómetros modernos y que pueden potencialmente llevarse a cabo con analizadores más pequeños y portátiles. Algunas de estas aplicaciones son el diagnóstico de determinadas enfermedades, la monitorización medioambiental, la seguridad alimentaria, la detección de pesticidas, la detección de drogas o aplicaciones relacionadas con la seguridad cuidada.

A continuación se reseñan tres trabajos recientes con analizadores de masas en tándem miniaturizados y portátiles. En dos de ellos se emplean trampas de iones miniaturizadas y en el tercero se describe el primer estudio publicado hasta la fecha sobre un triple cuadrupolo miniaturizado.

“Mini 12, miniature mass spectrometer for clinical and other applications - Introduction and characterization”

Linfan Li, Tsung-Chi Chen, Yue Ren, Paul I. Hendricks, R. Graham Cooks, Zheng Ouyang.
Analytical Chemistry 2014, 86, 2909–2916.

En este trabajo se presenta un analizador de masas miniaturizado de sobremesa, llamado por sus autores “Mini 12”. El equipo cuenta con una trampa de iones lineal y una interfaz de ionización a presión atmosférica discontinua (DAPI, por sus siglas en inglés). Es un prototipo de espectrómetro de masas para análisis dirigido y para ejecutar aplicaciones “point-of-care”, que son aquellas que se llevan a cabo cerca o en el mismo lugar donde se desarrolla el interés científico de la aplicación, como pudiera ser un paciente en su domicilio. Los principales objetivos de este trabajo eran construir un equipo capaz de realizar análisis directo de muestras sin pretratamiento de las mismas y que pudiera ser utilizado por personal sin experiencia.

El “Mini 12” pesa 25 kg y mide 50 x 56 x 42 cm. Consume menos de 100 W de energía y puede trabajar conectado a la red eléctrica o alimentado por baterías. Tiene una pantalla táctil mediante la cual el usuario final puede manejar el equipo a través de una interfaz simplificada y de fácil manejo. Con el fin de minimizar la necesidad de intervención humana, los autores han desarrollado un sistema de análisis y procesamiento de datos automático. Cuando el cartucho de muestra se inserta en el equipo, este lee el código de barras que lleva información sobre el tipo de muestra, los compuestos diana, el método de escaneo de masas y la recta de calibrado almacenada en la base de datos, para la cuantificación en base a la relación analito/patrón interno. A la vez, el código de barras se usa para buscar las instrucciones para el análisis de los compuestos diana. Por último se genera un informe automáticamente sin que el usuario tenga que interpretar el espectro de masas.

El equipo puede trabajar en cuatro modos de ionización: ionización por nano-electrospray, ionización química a presión atmosférica, ionización por spray en papel e ionización por spray en papel de extracción. Entre ellas, la ionización por spray en papel tiene una importante aplicación en análisis “point-of-care” por los propios usuarios en sus domicilios. Para el análisis de sangre, por ejemplo, primero se toma la muestra de sangre en un capilar y se transfiere a un papel acabado en punta que se coloca dentro de un cartucho impreso por impresión 3D. Una vez colocado dicho cartucho dentro del equipo, el papel se seca y posteriormente se impregna por spray con un disolvente (metanol). Finalmente, al

aplicar un voltaje de 4,3 kV sobre el sustrato de papel se produce la ionización y el spray en la punta del papel.

Los autores llevaron a cabo experimentos de masas en tándem hasta MS⁵, alcanzando límites de detección de 7.5 ng mL⁻¹ para determinados fármacos en sangre. Asimismo, se demostró el potencial del equipo para el análisis de muestras de sangre, muestras medioambientales o alimentos sin tratar, como es el caso del análisis directo de piel de naranja en busca de fungicidas con el método de ionización por spray en papel, utilizando la propia piel de la fruta como sustrato para la ionización.

“Autonomous *in situ* analysis and real-time chemical detection using a backpack miniature mass spectrometer: concept, instrumentation development, and performance”

Paul I. Hendricks, Jon K. Dagleish, Jacob T. Shelley, Matthew A. Kirleis, Matthew T. McNicholas, Linfan Li, Tsung-Chi Chen, Chien-Hsun Chen, Jason S. Duncan, Frank Boudreau, Robert J. Noll, John P. Denton, Timothy A. Roach, Zheng Ouyang, R. Graham Cooks.
Analytical Chemistry 2014, 86, 2900–2908.

Con el fin de realizar análisis químicos *in situ*, los autores de este trabajo construyeron un espectrómetro de masas portátil con forma de mochila conectada a una pistola de análisis. El objetivo del diseño de este equipo es que el analista pueda acercarse a la zona de interés y con la pistola realizar el muestreo en la superficie y la ionización de los analitos.

El equipo pesa un total de 12 kg y consume una media de 65 W de energía. La mochila mide 30,5 cm × 29,5 cm × 12,5 cm y pesa 10 kg y está conectada mediante un tubo de acero inoxidable a la pistola de aluminio, que mide 12 cm × 7,5 cm × 8,5 cm y pesa 2 kg. La mochila integra todo el sistema de vacío, una pequeña bala de He, la fuente de plasma, las baterías y un ordenador con pantalla táctil. La pistola incluye el analizador de masas, la interfaz DAPI y la sonda de plasma. En el modo de trabajo con baterías, el equipo puede utilizarse durante 1,5 h. También cuenta con una interfaz de usuario simplificada para que sea posible que personas sin experiencia usen el equipo fácilmente.

La fuente de ionización y muestreo del equipo se encuentra en el componente con forma de pistola y tiene forma de cono. Dicho cono aloja la sonda de plasma de baja temperatura y tiene una presión positiva de He. El plasma, junto con el He como gas de descarga, permite la ionización de compuestos en superficies que están muy próximas al cono de ionización. De esta manera, las especies iónicas reactivas entran en contacto con la zona de muestreo y análisis, ionizando los componentes de la muestra. Y, cuando la válvula DAPI se activa, los analitos son transferidos al analizador de masas.

Los autores muestran en este trabajo el potencial del prototipo para la detección de agentes de guerra química, drogas ilegales y explosivos a nivel de nanogramos, realizando experimentos de masas en tándem hasta MS⁵.

“A microelectromechanical systems-enabled, miniature triple quadrupole mass spectrometer”

Steven Wright, Andrew Malcolm, Christopher Wright, Shane O’Prey, Edward Crichton, Neil Dash, Richard W. Moseley, Wojciech Zaczek, Peter Edwards, Richard J. Fussell, Richard R. A. Syms.
Analytical Chemistry 2015, 87, 3115–3122.

Los autores de este último trabajo presentan el que, hasta la fecha de escritura de esta reseña, es el primer analizador de masas con triple cuadrupolo miniaturizado. Y es que por características de diseño, las trampas de iones son más fácilmente miniaturizables que los triples cuadrupolos, por ser estos últimos una sucesión en el espacio de varios componentes.

El analizador de masas desarrollado en este trabajo mide tan solo 24 cm desde las lentes iónicas hasta el detector. Q0 y Q2 tienen un diseño similar y actúan como guías de iones de 2 cm de largo cada uno. Q1 y Q3 son también similares en diseño y actúan como filtros de masas de 5,3 cm de largo. Los iones se generan en una fuente iónica de microspray de bajo voltaje.

Como la ionización a presión atmosférica está limitada por la cantidad de gas en la fuente y por los iones que entran en el vacío del sistema, la miniaturización de la fuente tiene una repercusión directa en los límites de detección. De igual manera ocurre en la celda de colisión donde se aloja el Q2. Sin embargo, a pesar de las reducidas dimensiones del equipo, la celda de colisión fragmentó eficientemente los iones precursores cuando la presión de gas (Ar) se incrementó drásticamente. El resultado fueron unos espectros de masas muy similares a los obtenidos con equipos convencionales.

Aunque los espectrómetros de masas son capaces de trabajar con muestras mediante análisis directo, sin técnicas de separación previa (como es el caso de los dos trabajos anteriores), la mayoría de los métodos actuales incluyen una fase de separación previa al análisis de masas. En este caso, los autores acoplaron con éxito el triple cuadrupolo miniaturizado a un equipo de HPLC convencional y lo utilizaron para la separación y detección de verapamilo, usado en medicina para el tratamiento de la hipertensión, angina de pecho, trastornos del ritmo cardíaco y para los dolores de cabeza. Como ejemplo de posible aplicación de campo, se analizaron manzanas en busca de pesticidas, con un límite de detección de 10 ng mL⁻¹.

Jorge Sáiz

Instituto de Química Orgánica General, IQOG-CSIC



EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- **AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.**
Ctra. A-6, km 18,200
28230 LAS ROZAS
(Madrid)
- **BRUKER ESPAÑOLA, S.A.**
Avda. Marie Curie, 5, Edificio Alfa - Pta. Baja
Parque Empresarial Rivas Futura
28529 RIVAS-VACIAMADRID
(Madrid)
- **PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L.**
Avda. de los Encuartes, 19
28760 TRES CANTOS
(Madrid)
- **TEKNOKROMA ANALÍTICA, S.A.**
Camí de Can Calders, 14
08173 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- **THERMO FISHER SCIENTIFIC**
Avda. de la Vega, nº 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

- **AL AIR LIQUIDE ESPAÑA, S.A.**
Paseo de la Castellana, 35
28046 MADRID
- **GILSON INTERNATIONAL B.V.**
Avda. de Castilla, 1 Edf. Best Point Of. 9-12
Polígono Empresarial San Fernando
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- **INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.**
Avenida Cerdanyola, 73
08172 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)
- **IZASA, S.A.**
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **LECO INSTRUMENTOS, S.L.**
Avda. de la Industria, 43
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- **MILLIPORE IBÉRICA, S.A.U.**
Avda. de Burgos, 144
28050 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.I.A. ENGINYERS, S.L.**
Monturiol, 16, baixos
08018 BARCELONA
- **SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CARBUROS METÁLICOS**
C/ Aragón, 300
08009 BARCELONA
Tlf.: 902 13 02 02
oferta@carburos.com
- **SUGELABOR**
Sicilia, 36
28038 MADRID

NOTA TÉCNICA

Thermo

SCIENTIFIC

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

D. Fco. Javier Rodríguez

Especialista de ventas en cromatografía,

Thermo Fisher Scientific

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

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

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

que son analizables por GC. Los siguientes ejemplos resaltan los beneficios de la MS de alta resolución acoplada a GC.

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

Los experimentos de masa exacta en alta resolución (HR/AM) típicamente comprenden el análisis en modo full scan de una muestra, y para el análisis de moléculas pequeñas el rango de barrido suele ser de 50 – 1000 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 una asignación incorrecta 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.

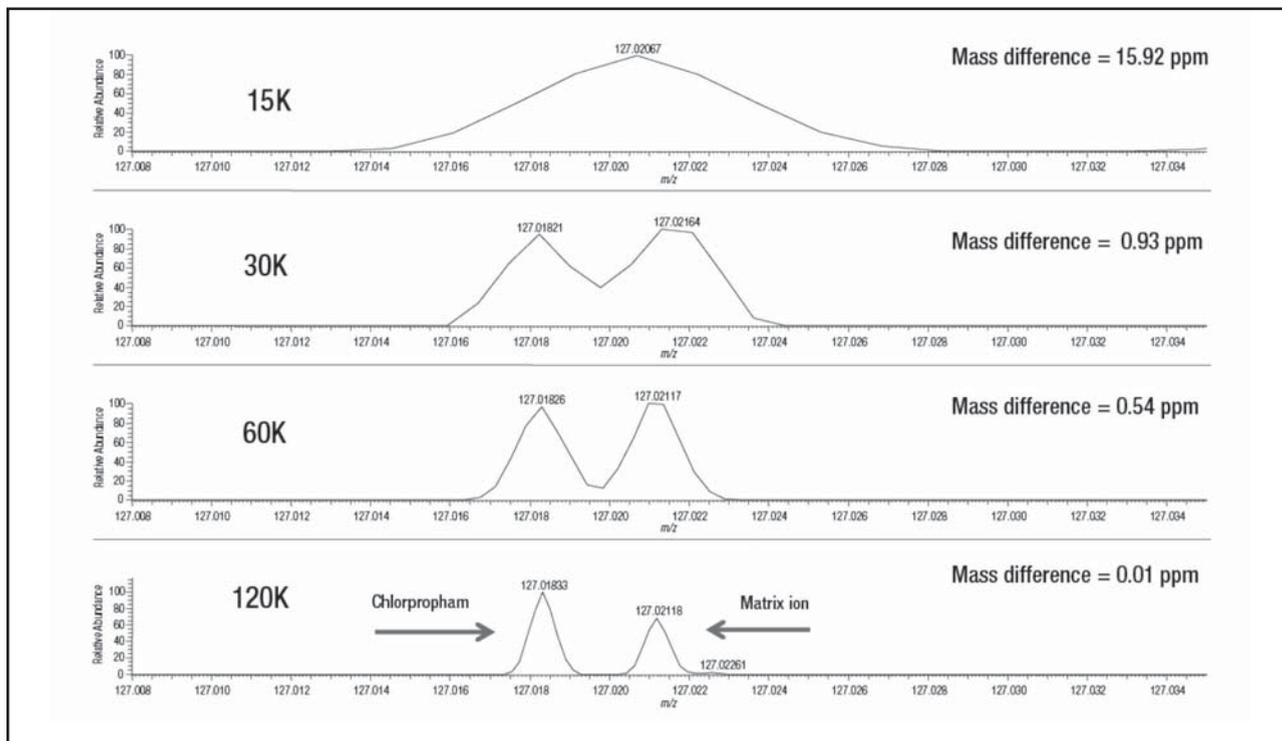


Figura 1. Efecto del poder de resolución en la exactitud de masa de un analito en una matriz. Los perfiles de masa del chlorpropham a 10 ng/g en puerro son adquiridos a resolución 15K, 30K, 60K y 120K. La interferencia de matriz a 15K y a 30K produce una diferencia de masa más alta de la esperada. El 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).

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: Carbón 1-50, Hidrógeno 1-50, Oxígeno 1-20, Nitrógeno 1-20, Fósforo 1-10 y Azufre 1-10.

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

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

Sin embargo, con la exactitud de masa sub-ppm esperada del sistema Q Exactive GC, el número queda limitado a dos fórmulas a 0,5 ppm. La primera fórmula sugerida para esta masa es $C_{12}H_{21}O_3N_2PS$, con un error de masa de 0,3 ppm, y cuando se busca esta fórmula en la base de datos on-line ChemSpider, el top hit coincide con el pesticida diazinon. Esta identificación puede confirmarse posteriormente con la investigación de los iones fragmento, comparando los datos con librerías espectrales de un modo sencillo, ya que los datos están adquiridos con una fuente de ionización por 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 60000 FWHM (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.

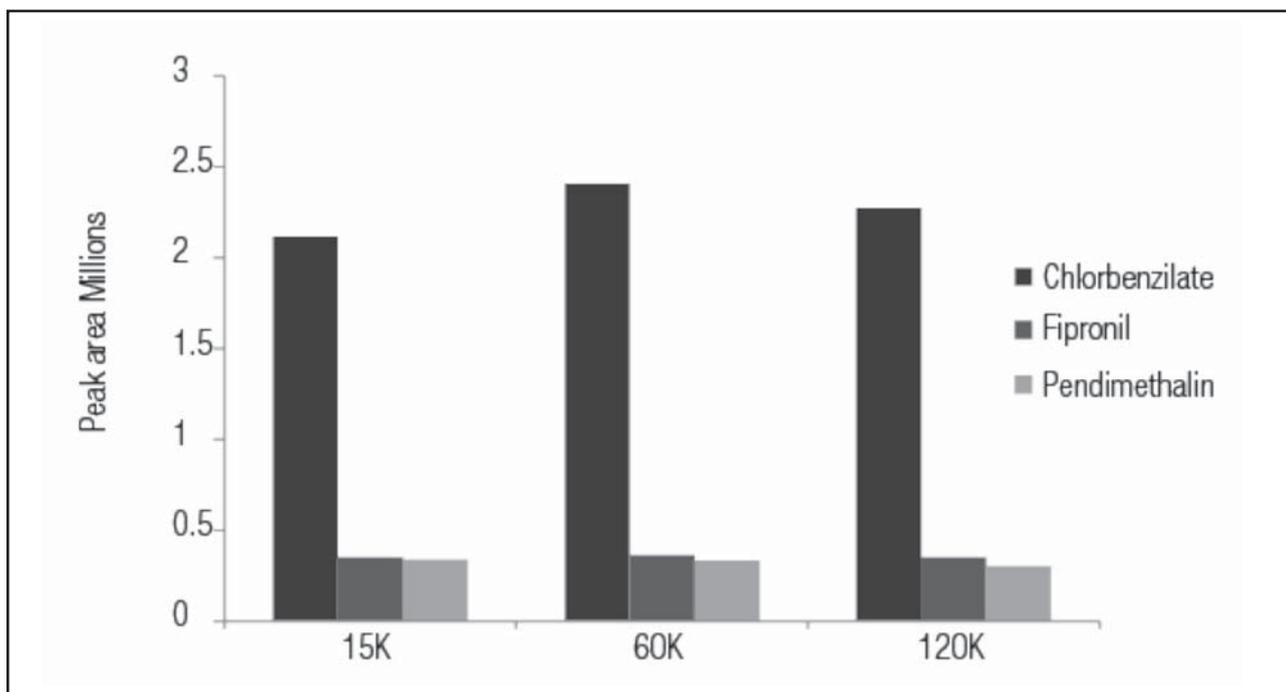


Figura 2. Chlorbenzilate, fipronil y pendimethalin en un extracto QhEChERS de zanahoria a una concentración de 10 ng/g mostrando las respuestas de área de pico obtenidas a resolución 15, 60 y 120K FWHM (m/z 200). La sensibilidad se mantiene a lo largo de los distintos modos de resolución, tanto para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

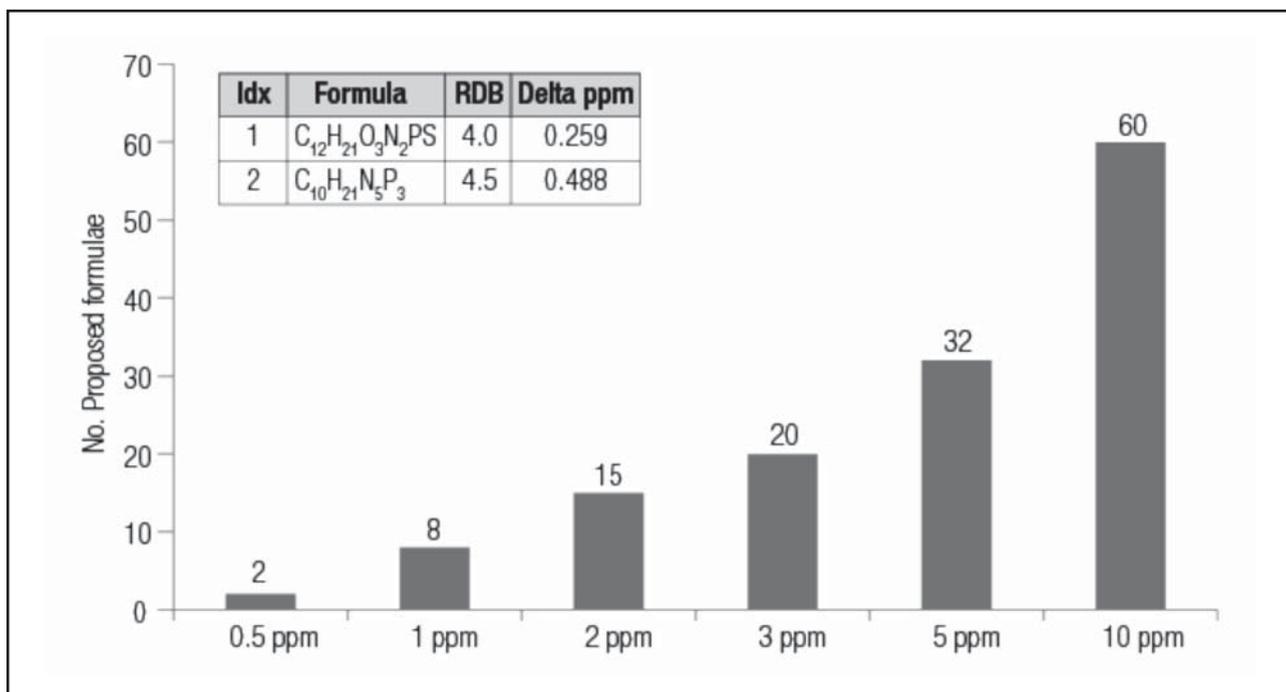
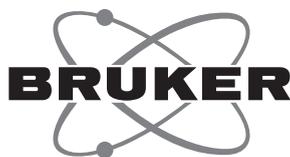


Figura 3. Número de composiciones elementales sugeridas para la m/z 304.10058 con diferentes tolerancias de masa aplicadas. Arriba se muestra los dos hits obtenidos a 0,5 ppm.

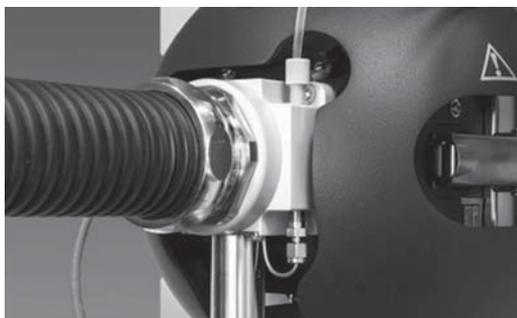


NOVEDADES TÉCNICAS



Bruker Chemical Analysis

BRUKER GC-APCI-QTOF, ULTRA ALTA RESOLUCIÓN ACOPLADA A CROMATOGRAFÍA DE GASES



Los espectrómetros de masas con capacidad de ultra alta resolución y masa exacta, UHR-QTOF, ya son una realidad en la mayoría de laboratorios de cromatografía y MS. Pero todavía la inmensa mayoría de configuraciones están diseñadas para la infusión directa o el acoplamiento a UHPLC mayoritariamente a través de fuentes de ionización tipo ESI.

Por otro lado, la Cromatografía de Gases sigue presente con un campo amplio de aplicación, pero en la mayoría de casos sin poder ofrecer las ventajas de selectividad de Ultra alta resolución y masa exacta.

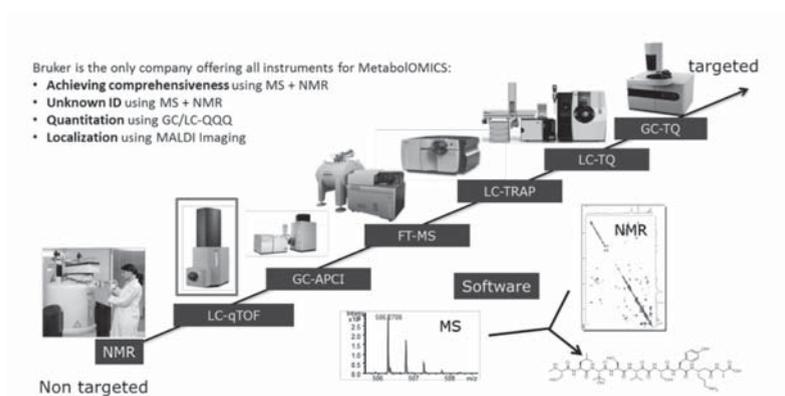
Por ello, Bruker, que lleva desde hace tiempo ofreciendo soluciones de acoplamiento a GC de sus QTOF, ha presentado un nuevo diseño de acoplamiento entre los cromatógrafos de Gases Bruker 456 y los sistemas QTOF Compact e Impact II. De esa forma, podremos combinar la alta capacidad de separación del GC con las prestaciones de un espectrómetro de masas de ultra alta resolución.

El campo de aplicación de esta configuración GC-APCI-QTOF es muy amplio, desde aplicaciones metabólicas donde es fundamental incorporar la fracción volátil y semivolátil que podemos separar más eficazmente por GC, hasta nuevas aplicaciones en campos e interés como Dioxinas, Furanos y PCBs, plaguicidas, explosivos, Hidrocarburos Policíclicos Aromáticos (PAHs) y un largo etcétera de compuestos de interés medioambiental, agroalimentario y toxicológico.

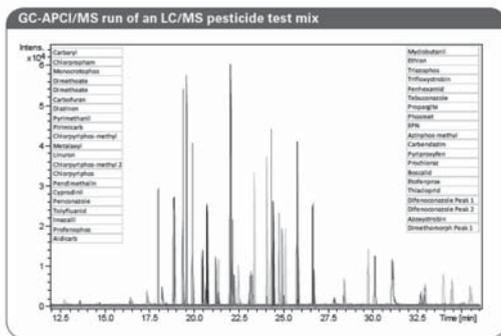
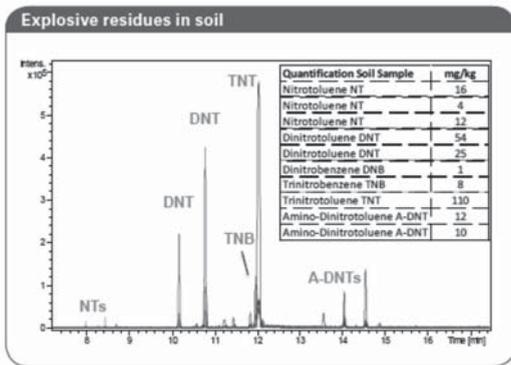
Bruker es el único fabricante que ofrece la solución integrada con equipamiento propio (tanto GC como QTOF) y, por tanto, un único interlocutor a la hora de la integración y puesta en marcha. El nuevo sistema dispone de una línea de transferencia flexible, incorporada en la fuente APCI Apollo II, que permite un acoplamiento más eficaz y sencillo con el GC. Los resultados ofrecen una mayor sensibilidad y resolución cromatográfica, facilitando la instalación sencilla y versátil, estableciendo un nuevo estándar en el análisis de GC – alta resolución.

Tal es la eficacia de dichos sistemas, que ya se consideran como una excelente alternativa a la renovación de espectrómetros antiguos, tipo EI o FAB. El sistema GC-APCI-QTOF ofrece una excelente alternativa, total automatización y, en general, mejor resolución y precisión de masas gracias al sistema UHR-QTOF, siendo una alternativa muy eficaz para el análisis espectroscópico clásico.

El nuevo diseño de interfase, además, permite la fácil reconfiguración del sistema para conectar un UHPLC, o



infusión directa de líquidos por ESI. En minutos, su sistema pueda estar reconfigurado y funcionando. De esa manera, se mejora la productividad y versatilidad del sistema UHR-QTOF.



Finalmente, que todos los componentes provengan del mismo suministrador, garantiza una total compatibilidad de software y hardware, un coste competitivo, y cómo no, un excelente soporte y servicio técnico.

Si tiene interés en información adicional sobre el sistema Bruker GC-APCI-QTOF, no dude en ponerse en contacto con nosotros para ampliar la información técnica del sistema, o en la web: www.bruker.com

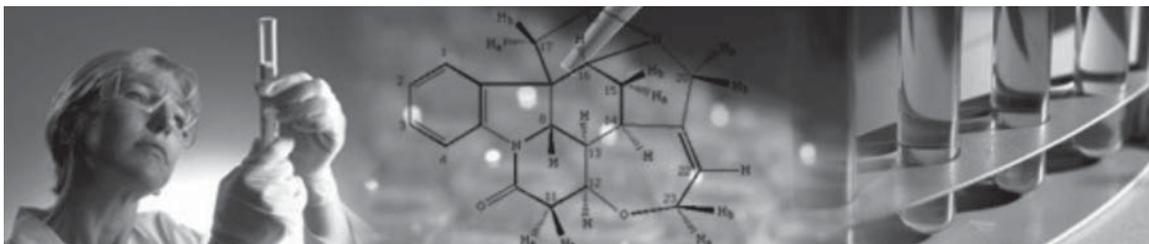
Bruker Appnote #lcms102 Analysis of Environmental Samples with a Novel Atmospheric Pressure GC Source Coupled to High-Resolution TOF-MS Analysis



Bruker Chemical Analysis

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





A WerfenLife Company

IZASA SCIENTIFIC PRESENTA I-SERIES DE SHIMADZU CORPORATION, LA GAMA DE SISTEMAS COMPACTOS DE HPLC

Esta nueva serie mejora la productividad con la capacidad de poder trabajar desde su pantalla táctil, lo que le hace ser un dispositivo inteligente, y permite, si se desea, trabajar sin necesidad de disponer de un PC.

La gama i-Series se compone de dos sistemas Nexera-i, que proporcionan análisis con ultra alta velocidad, y dos Prominence-i, con velocidad convencional y alta. Estos sistemas permiten su control, además de por sí mismos, desde un dispositivo inteligente, tableta o “smartphone”, por medio del Modo de Comunicación Interactivo (ICM) recientemente desarrollado. Ofrecen, por tanto, un entorno operativo intuitivo que permite que cualquier persona pueda analizar muestras fácilmente. Tienen automatización total, desde el inicio hasta la parada después del análisis. Asimismo, disponen de una función de acceso directo que permite a varios operadores introducir muestras en cualquier momento para lograr un flujo de trabajo más eficiente. Los métodos de análisis creados en sistemas HPLC ya existentes, incluidos sistemas no Shimadzu, se pueden transferir fácilmente a la i-Series. Es ideal para cualquier tipo de laboratorio: I+D, control de calidad y pruebas de seguridad así como en campos tales como el farmacéutico, químico, de la alimentación y del medio ambiente.



¿Qué nos proporciona?

- **Innovador:** Sistema de trabajo para un entorno de Laboratorio Avanzado

Su Modo de Comunicación Interactivo (ICM) permite a los usuarios iniciar un análisis con un mínimo de acciones y la adquisición de datos se sincroniza con el software de PC LabSolutions. Asimismo, los analistas pueden usar un dispositivo inteligente, tableta o smartphone, para comenzar un análisis y seguir de forma remota el estado del sistema y sus cromatogramas sin tener que utilizar ningún software especial. Así se obtiene un fácil acceso al sistema independientemente de su zona de trabajo, por ejemplo, el equipo se puede instalar bajo una campana, si se han de analizar ingredientes farmacéuticos altamente activos.

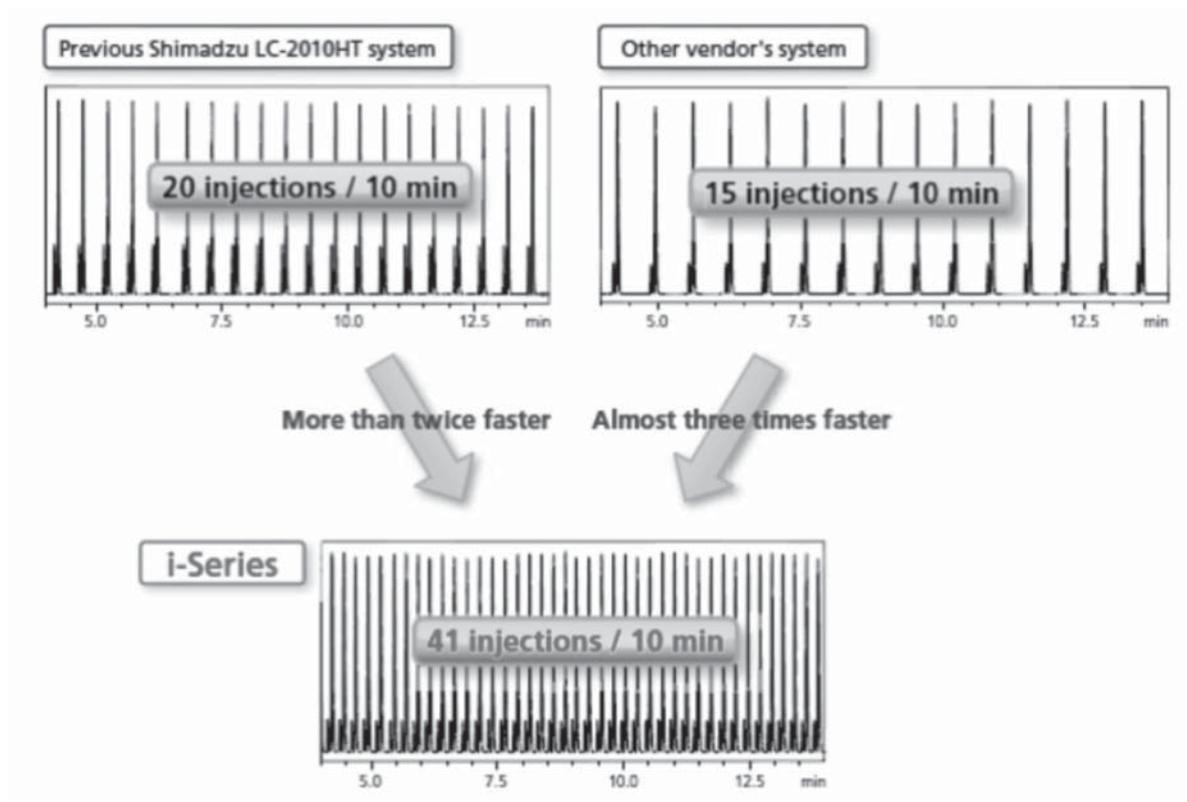
- Máxima fiabilidad y estabilidad

El doble control de temperatura en detectores y celdas de flujo ofrece una excelente estabilidad de la línea de base asegurando datos fiables no afectados por fluctuación de la temperatura ambiente. Permite la inyección directa de muestras altamente concentradas sin dilución, ahorrando así trabajo en el proceso; incluso cuando la inyección de volúmenes es ultra-baja, 1µL o menos, ofrece un análisis de alta precisión con una repetibilidad en el volumen de inyección del 1% o menos. El ciclo de inyección se ha reducido a la mitad del de su antecesor, el LC-2010, reduciendo el análisis en más de 47 minutos al analizar, por ejemplo, 384 muestras en cuatro placas de 96 pocillos.



- **Intuitivo:** Trabajo más sencillo

Los sistemas i-Series tienen pantallas táctiles LCD en color de 7 pulgadas con interfaz gráfica de usuario que permite a usuarios sin experiencia poder controlar intuitivamente el sistema. Muestra el estado del sistema y el



cromatograma en tiempo real; el software de aplicación de PC LabSolutions emplea además el mismo diseño que la pantalla de los i-Series. También emplean una función de comprobación del sistema que confirma los consumibles utilizados y guía la sustitución de piezas con el fin de ahorrar costes de mantenimiento.

- **Inteligente:** Interfaz inteligente para un trabajo eficiente

La i-Series ofrece completa automatización del análisis de rutina. Todas las operaciones se pueden automatizar desde el inicio, análisis de muestras, salida del informe y parada. Esto mejora la fiabilidad y estabilidad de análisis. Además, la alimentación del instrumento se puede parar automáticamente al acabar el trabajo ahorrando hasta un 95% el consumo de electricidad. Finalmente, es de notar la sencilla transferencia de métodos de HPLC de otros proveedores a los sistemas de Shimadzu.

Sobre Izasa Scientific

Con más de 40 años de experiencia y vocación de servicio a la comunidad científica, Izasa Scientific se ha posicionado como el principal proveedor de soluciones globales para nuestros clientes en España y Portugal.

Integra tanto la respuesta instrumental como el servicio de consultoría, soporte técnico y postventa en las áreas de Analítica, Ciencias de la Vida, Microscopía Óptica, Microscopía Electrónica y Nanotecnología, Medio Ambiente y Control de Calidad Industrial.

Shimadzu, empresa a la vanguardia en cuanto a Tecnología, ofrece soluciones específicas que pone al servicio de industrias y mercados; esto nos permite ofrecer a nuestros clientes personalización en las técnicas y métodos.

Centro de Especialistas de Cromatografía

Izasa Scientific dispone de un servicio exclusivo y específico de Cromatografía, con asistencia telefónica y no telefónica, atendido por personal altamente cualificado que le solucionará de una forma rápida y eficaz cualquier duda de trabajo, software, apoyo en averías y soporte aplicativo, que sus equipos y su laboratorio necesiten.

Izasascientific.com

Contacto:
902 20 30 80
izasa@izasascientific.com



ESPECTRÓMETRO DE MASAS DE TIEMPO DE VUELO DE ALTA RESOLUCIÓN PEGASUS GC HRT 4D

La más reciente innovación de LECO en el campo de la Ciencia de la Separación es el sistema de Espectrometría de Masas Pegasus GC-HRT 4D, que proporciona una capacidad sin precedentes en el estudio de muestras complejas y la identificación de un mayor número de analitos y de componentes desconocidos con la máxima confianza.

El sistema Pegasus GC-HRT 4D, combina la capacidad del sistema GCxGC con el mayor rendimiento del sistema de espectrometría de masas de tiempo de vuelo.

Con una precisión de masas de 1 ppm y una capacidad potencial de picos al menos dos veces mayor que cualquier Espectrómetro de Masas, el sistema Pegasus GC-HRT 4D es la solución para ganar la batalla de la coelución y analizar las más complejas muestras.

Otros hechos, como la generación de iones pseudo-moleculares mediante la ionización química, tiempos de retención coincidentes, distribución isotópica y masa exacta de los fragmentos, permiten conseguir una identificación segura.

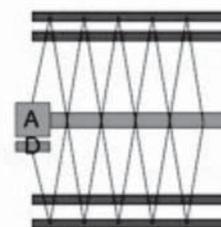
Beneficios:

Cromatografía de Gases de dos dimensiones

El modulador quadjet de doble etapa y el horno secundario están instalados dentro del horno primario del cromatógrafo de gases. El control del muestreador, del cromatógrafo de gases, del modulador térmico GCxGC de Leco y del sistema Pegasus TOF MS están completamente integrados en el software ChromaTOF-HRT desde un único ordenador.

Analizador de masas TOF con trayectoria de vuelo plegada (FFP) patentada.

Novedoso tiempo de vuelo que mantiene los paquetes de iones focalizados mejor que los enfoques estándares y, por tanto, el sistema no es susceptible a que la doble aceleración ortogonal disperse el haz inicial y, por tanto, se focalizan más iones en la región del TOF.



Fuente de ionización química

Permite ahorrar tiempo y esfuerzo identificando compuestos desconocidos de una forma más sencilla y con más confianza en el proceso de comparación con la librería.





NOVEDADES TÉCNICAS

La fuente de ionización química (HR-CI) del sistema Pegasus GC-HRT 4D permite a los usuarios acceder a la información en alta resolución de iones pseudo-moleculares con una precisión de masas y alta resolución hasta ahora no alcanzadas.

El sistema Pegasus GC-HRT 4D dispone de las dos fuentes de ionización, impacto electrónico (EI) e ionización química (CI), proporcionando la opción de comparación de espectros clásicos con la librería (EI) y la conservación del ion molecular (CI).

El sistema Pegasus GC-HRT y la fuente HR-CI proporcionan conjuntamente un completo paquete de alta productividad/información del análisis de la muestra con una resolución de hasta 50.000 FWHM, una precisión de masas inferior a 1 ppm y una velocidad de adquisición de hasta 200 espectros/segundo, todo ello con medidas de abundancia isotópica de alta integridad para facilitar la información y alta seguridad en la identificación del analito.

El sistema Pegasus GC-HRT 4D de LECO ofrece la más eficiente y completa separación cromatográfica GCxGC acoplado con el sistema TOFMS de mayor eficacia.

Estos avances tecnológicos, conjuntamente con el software ChromaTOF-HRT® de LECO y el sistema de deconvolución en alta resolución™ (HRD™), permiten obtener más partido de los datos en alta resolución utilizados conjuntamente con la librería NIST y las librerías de Masa Exacta.

Características

- High Resolution Deconvolution (HRD™). Deconvoluciona e identifica los analitos más importantes en matrices complejas.
- Fuentes HR-EI and HR-CI. Ofrecen mayor flexibilidad.
- La tecnología Folded Flight Path® (FFP®) patentada por LECO, no sólo proporciona alta resolución y sensibilidad, sino también mayor focalización comparado con la dispersión del TOF estándar, lo que permite condiciones iniciales más amplias.
- KADAS®. Sistema patentado de adquisición de datos basado en las estadísticas de iones que reduce el ruido dramáticamente, asegura la masa exacta y disminuye el tamaño del fichero.
- ChromaTOF-HRT. Software de LECO diseñado especialmente para HRT y GCxGC que añade capacidades cualitativas y cuantitativas a un sistema de datos sencillo de utilizar.

Website – www.LECO-Europe.com



MERCK MILLIPORE PRESENTA LOS NUEVOS SISTEMAS DE PURIFICACIÓN DE AGUA DE GRAN RENDIMIENTO CON SUPERVISIÓN EN TIEMPO REAL LAS 24 HORAS DEL DÍA, 7 DÍAS A LA SEMANA, Y CONTROL REMOTO

- Los nuevos sistemas AFS® 40E / 80E / 120E y 150E satisfacen las necesidades de agua purificada de uno o varios analizadores clínicos de gran rendimiento
- La exclusiva tecnología Elix® de electrodesionización y la innovadora tecnología E.R.A.™ aseguran agua de calidad constante con costes de funcionamiento bajos y predecibles
- La posibilidad de conexión remota permite un nivel sin precedentes de servicio para maximizar el tiempo de funcionamiento del analizador

Merck Millipore, la división de Ciencias de la Vida de Merck, ha anunciado el lanzamiento de sus sistemas de purificación de agua AFS® 40E / 80E / 120E y 150E. Estos nuevos sistemas se han desarrollado para proporcionar a los laboratorios clínicos una solución económica y fiable de purificación de agua para volúmenes diarios de agua de hasta 3.000 L.

Los sistemas AFS® 16D0E / 80E / 120E y 150E emplean dos potentes tecnologías para producir agua de calidad que cumpla la norma de Agua de grado reactivo para laboratorios clínicos del Clinical and Laboratory Standards Institut® (CLSI®). La probada tecnología de vanguardia Elix® de electrodesionización (EDI) asegura una calidad constante del agua con costes de funcionamiento bajos y predecibles, mientras que la exclusiva tecnología E.R.A.™ (*Evolutionary Reject Adjustment*) tiene en cuenta la calidad del agua de alimentación para optimizar de forma automática su recuperación, y reducir los costes de consumo de agua.

Como indica John Sweeney, Director de la Unidad de negocio Lab Solutions de Merck Millipore, «los directores de los laboratorios biomédicos están bajo constante

presión para evitar los periodos de parada de los analizadores clínicos.” Y explica: “el agua es el reactivo líquido utilizado con más frecuencia en los analizadores clínicos y, para los laboratorios donde se manejan miles de muestras al día, la elección del sistema de purificación de agua es fundamental para proporcionar agua purificada de alta calidad y un funcionamiento fluido». Nuestros sistemas AFS® 40E / 80E / 120E y 150E incorporan las tecnologías más recientes, para un rendimiento robusto y fiable. Nuestro objetivo es contribuir a que los laboratorios biomédicos sean más productivos, y estos sistemas AFS® hacen exactamente eso.

Los sistemas AFS® 40E / 80E / 120E y 150E ofrecen también a los usuarios una potente supervisión en tiempo real las 24 horas del día, los 7 días de la semana, y control remoto de sus sistemas de purificación de agua, así como una nueva generación de servicios mejorados. Estas características de supervisión avanzadas, junto con un nivel de servicio sin precedentes, contribuyen también a maximizar el tiempo de funcionamiento del analizador.

Los sistemas han sido diseñados para proporcionar un diagnóstico remoto rápido y preciso, y ofrecer un servicio proactivo con el fin de evitar periodos de parada. El servicio se inicia con un análisis del agua de alimentación realizado por un ingeniero certificado del servicio técnico de Merck Millipore antes de la instalación del sistema. Luego, con el tiempo, los usuarios pueden asegurar el mejor mantenimiento de su sistema de purificación de agua AFS® E con un plan de mantenimiento Watercare Pact personalizado.

Con su nueva gran pantalla táctil, el sistema está diseñado para un funcionamiento intuitivo y para dar apoyo al usuario con fáciles instrucciones paso a paso durante el mantenimiento sistemático. Nunca ha sido más fácil interactuar con el sistema de purificación de agua. Para una mayor flexibilidad, también puede accederse a la interfaz del sistema desde otro lugar, usando un PC, una tableta o un teléfono inteligente a través de un navegador.

Portátil y personalizable, la nueva gama está diseñada para hacer el mejor uso del espacio del laboratorio. Los sistemas compactos y silenciosos están montados sobre ruedas, y pueden desplazarse por el laboratorio, o a otra ubicación, dependiendo de los requisitos del laboratorio.

Los usuarios del sistema AFS® E pueden elegir entre una serie de opciones y accesorios para satisfacer sus requisitos específicos, como son, entre otros, un monitor de carbono orgánico total (TOC) en línea, una opción de desgasificación y una válvula de muestreo sanitario.

Si desea más información, visite www.merckmillipore.com/AFSE-large

Sobre Merck Millipore

Merck Millipore es la división de Ciencias de la Vida de Merck y ofrece una amplia gama de innovadores y eficientes productos, servicios y relaciones comerciales que permiten el éxito de nuestros clientes en investigación, desarrollo y producción de terapias biotecnológicas y farmacéuticas. Merck Millipore aúna todos sus esfuerzos en la apertura de nuevos campos científicos y de ingeniería; y como uno de los tres principales inversores en I+D de la industria de herramientas en ciencias de la vida, actúa como socio estratégico para los clientes contribuyendo al avance de las ciencias biológicas. Con sede central en Billerica (Massachusetts, EE.UU.), la división cuenta con más de 10.000 empleados, opera en 66 países y ha obtenido unos ingresos de 2.600 millones de euros en 2013. Merck Millipore se conoce como EMD Millipore en los Estados Unidos y Canadá.

Sobre Merck

Merck es una empresa líder en productos de alta tecnología innovadores y de máxima calidad en los sectores farmacéutico y químico. Con sus cuatro divisiones, Merck Serono, Consumer Health, Performance Materials y Merck Millipore, Merck generó unos ingresos totales de 11.100 millones de euros en 2013. En torno a 39.000 empleados de Merck trabajan en 66 países para mejorar la calidad de vida de los pacientes, impulsar el éxito de los clientes y contribuir a satisfacer los retos mundiales. Merck es la empresa farmacéutica y química más antigua del mundo: desde 1668, la empresa se ha diferenciado por la innovación, el éxito comercial y el emprendimiento responsable. Poseyendo aproximadamente el 70 por ciento de los intereses, la fundación familiar sigue siendo la propietaria mayoritaria de la empresa en la actualidad. Merck, Darmstadt, Alemania es propietario de los derechos mundiales del nombre y la marca Merck. Las únicas excepciones son Canadá y los Estados Unidos de Norteamérica, donde la empresa se conoce como EMD.

Millipore, la marca M, AFS y Elix son marcas registradas, y E.R.A. es una marca comercial, de Merck KGaA. Todas las demás marcas comerciales son propiedad de sus respectivos propietarios.

Contacto: Jill DeCoste
Tfo.: +1 978 715 4670
Correo electrónico:
jill.decoste@emdmillipore.com



PRODUCTOS KNAUER

AZURA Bio LC para la purificación de proteínas rápida.

La adaptación a los retos de purificación de cromatografía de líquidos es muy fácil con la plataforma LC AZURA Bio modular. Escalable respecto a la cantidad purificada y automatizable desde lo más básico hasta lo más sofisticado, usted decide.

Domine fácilmente

- La cromatografía de afinidad.
- El tamaño de la cromatografía de exclusión.
- La cromatografía de intercambio iónico.
- La cromatografía de interacción hidrofóbica.
- La cromatografía de modo mixto.

Disponible con refrigeración de sobremesa, combinable con todas las columnas de LC comunes.



AZURA HPLC Didáctico.

AZURA HPLC fue desarrollado para ser una plataforma altamente adaptable para una amplia gama de aplicaciones que van desde la analítica hasta el HPLC preparativo.

Un complemento muy práctico y didáctico para esta misma familia de instrumentos es el sistema AZURA HPLC Didáctico, que se basa en un sistema isocrático conectado a un ordenador y a un sistema de registro de datos.

Diseñado para un uso educativo y formativo de estudiantes y jóvenes investigadores, este paquete se ofrece a un precio muy competitivo.

Más información en <http://www.knauer.net/azuraedu>



Columnas KNAUER HPLC

KNAUER fabrica columnas de HPLC para casi cualquier aplicación: uHPLC, HPLC estándar, HPLC preparativa, intercambio iónico, GPC / SEC...

Se incluyen tanto columnas con partículas core-shell totalmente porosas como partículas de polímero.

Las columnas Vertex Plus están disponibles de 2 a 8 mm de diámetro interior, con longitudes que varían desde los 5 mm hasta los 300 mm.

Dichas columnas Vertex Plus AX ofrecen compresión axial de HPLC preparativa que proporciona una mayor durabilidad, y están disponibles a partir de 16 mm hasta los 50 mm de diámetro interior, con longitudes que van desde los 30 mm, pasando por 150 mm, hasta 250 mm.

<http://www.knauer.net/columns>



NOTA

Precios especiales en productos KNAUER, tanto en columnas como en equipos.

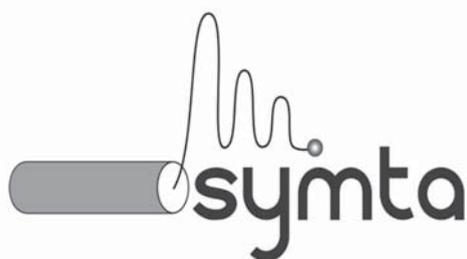
SUGELABOR, S.A.

Dirección: C/ Sicilia, 36 28038 Madrid

Teléfono: +34 915 01 39 36

Fax: +34 915 01 39 38

info@sugelabor.com



COLUMNAS ACE Y ACE-EXCEL: EXPLORANDO LA SELECTIVIDAD EN FASES C18 MODIFICADAS

Las fases C18 fueron unas de las primeras fases disponibles dentro de la cromatografía en fase inversa. A día de hoy, siguen siendo las columnas más populares y utilizadas en la mayoría de las separaciones de HPLC. Ese éxito de las fases C18 es debido fundamentalmente a la estabilidad que ofrecen las largas cadenas alquílicas, frente a las cortas cadenas alquílicas propias de fases C3-CN o C6-PH que son más vulnerables frente al pH o la temperatura.

Sin embargo, debido precisamente a esa alta hidrofobicidad, las fases C18 presentan ciertas carencias en el análisis de compuestos polares, como pueden ser poca retención, incompatibilidades con fases móviles altamente acuosas, así como limitaciones a la hora de discernir entre compuestos hidrofóbicamente muy similares.

Por todo ello, se hace deseable y apremiante aunar las características propias de las fases C18 con las ventajas que ofrecen esas otras fases unidas a cadenas alquílicas

más cortas, esto es, las fenilo, las PFP, las CN e incluso amidas, cuyas características en términos de robustez no son tan deseables como las C18, pero que, sin embargo, ofrecen otros mecanismos de interacción, dando al analista nuevas opciones en lo que a desarrollo de métodos se refiere.

En el diseño de esas nuevas fases se deben, por tanto, tener en cuenta las características propias y más deseables de las C18, con los múltiples mecanismos de interacción que ofrecen los anillos aromáticos, los PFP, o el dipolo del grupo ciano y/o la selectividad de los grupos amida. Una vez resuelto esto, el siguiente paso será cómo seleccionar la fase más adecuada para nuestro análisis por fase inversa, con la base de la hidrofobicidad del C18 y las posibles selectividades, teniendo en cuenta que, el que predomine un tipo de mecanismo u otro, vendrá determinado tanto por las propiedades físico-químicas de los analitos como de las condiciones cromatográficas aplicadas.

No se debe perder de vista que el objetivo deseado es conseguir la separación entre los picos en cuestión con una resolución adecuada (1,5-2) y a su vez conseguir un método rápido, reproducible y robusto.

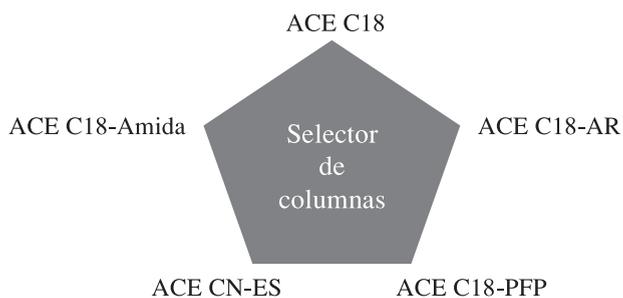
Con esa idea, ACT ha desarrollado durante los últimos años varias fases complementarias y/o alternativas al C18 convencional con el propósito descrito anteriormente. Fruto de esas necesidades, diseño y lanzó exitosamente diversas fases que unifican cadenas alquílicas largas y diversos ligandos que arrojan diferentes selectividades:

| Fase | Clasificación USP | Grupo Funcional | Endcapped | Tamaños de partícula (µm) | Área superficial (m ² /g) | Carga %C | Rango de pH | Compatibilidad con agua 100% |
|-----------|-------------------|------------------------------|-----------|---------------------------|--------------------------------------|----------|-------------|------------------------------|
| C18-AR | L1 | C18+Grupo o fenilo integrado | SÍ | 2,3,5,10 | 300 | 12.6 | 2 – 8 | SÍ |
| C18-PFP | L1 | C18 + grupo PFP integrado | SÍ | 2,3,5,10 | 300 | 17.0 | 2 – 8 | SÍ |
| C18-AMIDE | L1/L60 | C18 + grupo amida embebido | SÍ | 2,3,5,10 | 300 | 15.5 | 2 – 8 | SÍ |
| CN-ES | L10 | CN con espaciador alquílico | SÍ | 2,3,5,10 | 300 | 14.3 | 2 – 8 | SÍ |

Como se puede deducir, estas nuevas fases ACE pueden exhibir múltiples mecanismos de interacción: Fase.

| Fase | Tipos de Interacciones con los analitos |
|-----------|--|
| C18-AR | <ul style="list-style-type: none"> • Hidrofóbicas • $\pi - \pi$ • Dipolo – Dipolo • Puentes de hidrógeno |
| C18-PFP | <ul style="list-style-type: none"> • Hidrofóbicas • $\pi - \pi$ • Dipolo – Dipolo • Puentes de hidrógeno • Forma de pico |
| C18-AMIDE | <ul style="list-style-type: none"> • Hidrofóbicas • Puentes de hidrógeno |
| CN-ES | <ul style="list-style-type: none"> • Hidrofóbicas • Dipolo – Dipolo |

De todo ello se puede concluir que columnas con diversas selectividades, derivadas de múltiples mecanismos de interacción, pueden ser efectivas como punto de partida para el desarrollo de métodos; para mejoras y/o modificaciones de los métodos ya existentes cuando se requiere un cambio en la selectividad y como estrategia de desarrollo de métodos, ya que se pueden probar varias fases en diferentes condiciones de pH, temperatura, modificación de componente orgánico, etc...



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

NORMAS GENERALES DE PUBLICACIÓN

1. ARTÍCULOS CIENTÍFICOS

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

- 1) Para publicar artículos en CTA **no** es necesario ser socio de la SECyTA.
- 2) El idioma de la revista, y por tanto de publicación de los artículos, es el castellano.
- 3) Los artículos pueden ser de los siguientes tipos:
 - a) Trabajos originales de investigación.
 - b) Revisiones bibliográficas.
 - c) Artículos de divulgación.
 - d) Series monográficas.

Los trabajos deberán estar escritos a doble espacio, con un tamaño de fuente de 10 ó 12 pt y cada página deberá ir numerada. El tamaño de los trabajos estará comprendido entre 10 y 30 hojas (DIN A4) incluidas tablas, figuras y bibliografía y deberán enviarse por e-mail a cualquiera de las siguientes direcciones: mlsanz@iqog.csic.es, javier.moreno@csic.es, acsoria@iqog.csic.es

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

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

Resumen: De 100 a 150 palabras reflejando de forma clara y concisa el propósito y los resultados más relevantes del artículo. Para los trabajos originales de investigación, el texto principal seguirá el formato tradicional: Introducción, Materiales y Métodos, Resultados y Discusión, Conclusiones y Bibliografía.

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

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

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

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

NORMAS GENERALES DE PUBLICACIÓN

2. INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA - ARTÍCULOS DE INTERÉS

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

3. NOVEDADES TÉCNICAS

Las empresas colaboradoras de la SECyTA disponen en cada número de una página gratuita para informar sobre las novedades de sus productos. La extensión máxima de los originales será 3 DIN A4 mecanografiados a doble espacio, pudiéndose incluir algunos gráficos y fotografías en blanco y negro (no más de tres). Deberán remitirse a la redacción de CTA con anterioridad a los días **1 de mayo** (para el primer número) y **1 de noviembre** (para el segundo).

4. OTRAS SECCIONES

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

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

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

CONDICIONES PARA LA CONCESIÓN DE AYUDAS PARA LA ASISTENCIA A CONGRESOS / REUNIONES DE CARÁCTER NACIONAL E INTERNACIONAL (aprobadas por la Junta de Gobierno de la SECyTA en sesión celebrada el 31 de enero de 2013)

1. Requisitos generales para optar a una beca concedida por la SECyTA.

- 1.1. Ser miembro de la SECyTA.
- 1.2. Encontrarse en una de las siguientes opciones:
 - 1.2.1. realizando la tesis doctoral o un trabajo de investigación de máster o equivalente en un centro de investigación.
 - 1.2.2. en una etapa post-doctoral en un centro de investigación dentro de los 2 años posteriores a la lectura de la tesis doctoral y tener una antigüedad como socio de la SECyTA de, al menos, 2 años.
- 1.3. No ser miembro de la plantilla laboral permanente del centro de investigación.

2. Requisitos adicionales para la asistencia a las Reuniones Científicas de la SECyTA.

- 2.1. Se podrán conceder un máximo de 2 becas por investigador sénior (socio de la SECyTA) inscrito en la Reunión.
- 2.2. Sólo se podrá solicitar una ayuda por comunicación presentada en la Reunión.

3. Requisitos adicionales para la asistencia a Reuniones y/o Congresos Internacionales.

- 3.1. Encontrarse en una de las siguientes opciones:
 - 3.1.1. realizando la tesis doctoral o trabajo de investigación de máster o equivalente (como mínimo, en su segundo año) en un centro de investigación y tener una antigüedad mínima como socio de la SECyTA de 1 año.
 - 3.1.2. en una etapa post-doctoral en un centro de investigación dentro de los 2 años posteriores a la lectura de la tesis doctoral y tener una antigüedad como socio de la SECyTA de, al menos, 2 años.
- 3.2. No haber disfrutado de otra beca semejante concedida por la SECyTA durante la realización del trabajo de investigación.
- 3.3. Se establece la necesidad de que se trate de congresos relacionados con el fin de la SECyTA o bien que la SECyTA figure como colaboradora o coorganizadora del Congreso.
- 3.4. El solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la página web de la Sociedad. Si se conceden más de una beca para la asistencia a un mismo congreso se podrá elaborar el informe de forma conjunta.
- 3.5. Tener aceptada una comunicación (oral o póster) en el congreso para el que se solicita la beca.

4. Requisitos adicionales para la asistencia a Reuniones y/o Congresos patrocinados por la SECyTA.

- 4.1. Ser miembro de la SECyTA con una antigüedad superior a 1 año.
- 4.2. No haber disfrutado de otra beca semejante en el mismo año natural.
- 4.3. El solicitante al que se le conceda la ayuda contrae la obligación de elaborar un informe (en inglés) sobre el Congreso para su publicación en el Boletín y en la Página Web de la Sociedad. Si se conceden más de una beca para la asistencia a un mismo congreso se podrá elaborar el informe de forma conjunta.
- 4.4. Tener aceptada una comunicación (oral o póster) en el congreso para el que se solicita la beca.

La solicitud junto con la documentación requerida debe enviarse a la SECRETARÍA de la SECyTA:

Dra. Belén Gómara
Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental
Instituto de Química Orgánica General, CSIC
Juan de la Cierva, 3. 28006-Madrid (España)
Tel. 91-5618806 (ext. 385). Fax: 91-5644853. e-mail: secretaria.secyta@gmail.com

Para más información sobre las becas para la asistencia a congresos y para acceder a los documentos necesarios, consultar la página web de la SECyTA.

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

Dra. Belén Gómara
Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental
Instituto de Química Orgánica General, CSIC
Juan de la Cierva, 3
28006-Madrid (Spain)
Tel. 91-5618806 (ext. 385)
Fax: 91-5644853
e-mail: secretaria.secyta@gmail.com

Cuota anual: 30 €

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

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

HOJA DE INSCRIPCIÓN

Apellidos Nombre

DNI

Domicilio particular:

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono Correo electrónico

Industria u organización

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono FAX Correo electrónico

DATOS BANCARIOS

Banco/Caja de Ahorros

Sucursal

Dirección Ciudad.....

D.

Con domicilio en

Y con IBAN ES __ / ____ / ____ / ____ / ____ / ____

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

Atentamente le saluda,

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

Firma:

**XV REUNIÓN CIENTÍFICA
SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES · SECYTA 2015**

**VII REUNIÓN NACIONAL
SOCIEDAD ESPAÑOLA DE ESPECTROMETRÍA
DE MASAS · SEEM 2015**

CASTELLÓN

27-30 de octubre de 2015

UNIVERSITAT JAUME I

www.secytaseem2015.com



Secretaría Técnica:

ACTIVA CONGRESOS
Passeig de l'Havana, 11-13, A1, 2º 2ª
08030 Barcelona
E-mail: info@secytaseem2015.com
Tel. 93 3238573

Organiza:

SECYTA
SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

S.E.E.M.

Colabora:


**UNIVERSITAT
JAUME·I**

XEVO

LA RESPUESTA DEFINITIVA A TODOS SUS PROBLEMAS CUANTITATIVOS

¿Necesita la robustez demostrada de Xevo TQD? ¿La sensibilidad mejorada del Xevo TQ-S micro? O quizás sus análisis complejos requieren el alto rendimiento del Xevo TQ-S con la tecnología StepWave. Encuentre el sistema MS/MS que se ajusta mejor a las actuales y futuras necesidades de su laboratorio en waters.com/XEVO



XEVO TQ-S



XEVO TQ-S micro



XEVO TQD

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

PHARMACEUTICAL ▪ HEALTH SCIENCES ▪ FOOD ▪ ENVIRONMENTAL ▪ CHEMICAL MATERIALS

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