

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

46

BOLETÍN DE LA SECYTA
VOLUMEN 46 NÚM. 2 (2025)
WWW.SECYTA.ORG



TIMS-MS
timsMetabo™



Discover MoRE with Mobility Range Enhanced 4D-Metabolomics™

Our next-generation workforce 4D-Metabolomics and 4D-Lipidomics workflows

- Game-changing advancement in sensitivity
- TIMS-enabled confidence in automated analyte annotation
- A digital metabolome archive of every sample analyzed
- Fully featured 4D-enabled quality control and established software ecosystem

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

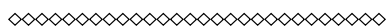


For more information please visit www.bruker.com/timsmetabo

Madrid, 2025, Vol. 46, núm. 2
ISSN 1132-1369

ÍNDICE

50	EDITORIAL
51	ARTÍCULO Aplicación de la pirólisis acoplada a cromatografía de gases con detección por espectrometría de masas a la determinación de micro- y nanoplasticos <i>Cecilia Ortega Zamora, Javier González Sálamo, Javier Hernández Borges</i>
72	NOTICIAS DE LA SECyTA Euroanalysis 2025 y XXIV Scientific Meeting of SECyTA (53.ª Reunión Científica del GCTA) XX Edición Premios JAGD 25.ª Asamblea de la SECyTA Jubilaciones: Mario A. Fernández Martín Premio a socios
85	INFORMACIONES Congresos celebrados Calendario de actividades Nuevas Tesis Doctorales
90	INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA Artículos de interés
94	DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS Notas técnicas Novedades técnicas



Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

Queridos socios y socias de la SECyTA,

Me dirijo a vosotros en el mes de diciembre, al finalizar el año 2025, un momento en el que muchos aprovechamos para revisar el trabajo realizado y, a la vez, proyectar nuevos propósitos y retos para el próximo año.

El 2025 ha sido, sin duda, un año especial para nuestra Sociedad por diferentes motivos. El primero de ellos fue la celebración de nuestra XXIV Reunión Científica en el marco de Euroanalysis 2025, celebrado en Barcelona. En esta ocasión, integramos nuestra reunión en ese foro internacional con el objetivo de reforzar la visibilidad de la cromatografía y otras técnicas afines en el marco de la química analítica, así como de impulsar la proyección internacional de los trabajos realizados por nuestros científicos, investigadores y estudiantes. Tal como ya señalé en un Boletín anterior, el congreso fue un éxito, con más de 700 participantes y la presencia de ponentes destacados, algunos de ellos propuestos por nuestra Sociedad.

Otro hito destacado de este año ha sido la conmemoración del 25.º aniversario de la SECyTA. El 19 de octubre de 2000, un grupo de 14 profesores e investigadores vinculados a la cromatografía y otras técnicas relacionadas se reunió en Barcelona para constituir la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines, heredera científica del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines de la Real Sociedad Española de Química, que acumulaba, ya en el año 2000, más de 25 años de trayectoria. Desde entonces, la SECyTA ha mantenido su propósito de promover, fomentar y difundir el conocimiento, progreso y aplicaciones de la cromatografía y otras técnicas de separación en todos sus ámbitos y aplicaciones. Durante estos 25 años —más de 50 si consideramos la historia del GCTA— lo hemos hecho a través del Boletín, las reuniones científicas, las becas a jóvenes investigadores y muchas otras iniciativas. A todos los que lo habéis hecho posible, mi más sincero agradecimiento.

Este 2025 también ha sido el año en que los Premios José Antonio García Domínguez alcanzaron su vigésima edición, siempre en el marco de nuestra reunión científica. Con estos premios honramos la memoria del Dr. José Antonio García Domínguez, investigador del Instituto de Química-Física “Rocasolano” (actual “Blas Cabrera”) del CSIC, pionero de la cromatografía de gases en España y uno de los fundadores del GCTA, precursor de SECyTA. Quiero agradecer desde estas líneas el apoyo continuado de Bruker, impulsado por el Dr. Miguel Ángel Pérez, a estas veinte ediciones de los premios.

En cuanto a los proyectos de futuro, uno de los objetivos para el 2026 será la renovación de la página web de la Sociedad. Hemos iniciado ya un proceso de reflexión y rediseño que nos llevará a una plataforma más moderna, con contenidos más accesibles, una actualización más ágil y una mayor usabilidad tanto para nuestros socios como para cualquier persona interesada en consultarla. También querría destacar que este será el último número del Boletín en formato papel. En 2026, siguiendo el acuerdo adoptado en la Junta de Gobierno y atendiendo a criterios de uso, sostenibilidad ambiental y eficiencia de recursos, nuestra revista *Cromatografía y Técnicas Afines* se publicará exclusivamente en formato electrónico, accesible desde nuestra web.

Finalmente, y no menos importante, me complace destacar que en 2026 celebraremos nuestra XXV Reunión Científica en el marco del 1.º Congreso de Análisis Instrumental (CAI2026). Este nuevo congreso nace de la colaboración de cinco sociedades científicas del ámbito de la química analítica: la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM), la Sociedad Española de Espectroscopía Aplicada (SEA), la Sociedad Española de Metabolómica (SESMet), la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA) y nuestra SECyTA. El encuentro tendrá lugar del 21 al 24 de julio de 2026 en la Hospedería del Colegio Fonseca de la Universidad de Salamanca. La página web del congreso (<https://cai2026.es>) ya está activa. El comité organizador, liderado por el Dr. José Luis Pérez Pavón y con el apoyo del Comité Científico integrado por miembros de las diferentes sociedades, está trabajando para ofrecer un congreso con un programa científico de alto nivel y un espacio propicio para el intercambio de ideas. Espero que podamos encontrarnos todos allí el próximo julio.

¡Mis mejores deseos para el año 2026!

Un abrazo,

JORDI DÍAZ FERRERO
Presidente de SECyTA

ARTÍCULO

Aplicación de la pirólisis acoplada a cromatografía de gases con detección por espectrometría de masas a la determinación de micro- y nanoplásticos

Cecilia Ortega Zamora^{1, 2, *}, Javier González Sálaro^{1, 2} y Javier Hernández Borges^{1, 2}

¹ Departamento de Química, Unidad Departamental de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL). Avda. Astrofísico Fco. Sánchez, s/n. 38206, San Cristóbal de La Laguna, España.

² Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias, Universidad de La Laguna (ULL), Avda. Astrofísico Fco. Sánchez, s/n. 38206, San Cristóbal de La Laguna, España.

* Autor de correspondencia: cortegaz@ull.edu.es

RESUMEN

La pirólisis acoplada a cromatografía de gases con detección por espectrometría de masas (Py-GC-MS) constituye una herramienta analítica versátil para la caracterización de materiales orgánicos complejos, tanto naturales como sintéticos. Su capacidad para descomponer macromoléculas en fragmentos detectables permite la identificación y cuantificación de compuestos originalmente no volátiles. El desarrollo de diferentes tipos de pirolizadores, así como el uso de estándares internos y el empleo selectivo de reactivos de derivatización, ha mejorado notablemente su aplicabilidad. De hecho, sus aplicaciones abarcan desde la ciencia forense y la conservación del patrimonio hasta el análisis ambiental, incluyendo la detección y cuantificación de micro- y nanoplásticos, un campo en el que destaca por su capacidad para caracterizar polímeros, biopolímeros y sus aditivos en una amplia variedad de matrices, si bien persisten desafíos importantes, sobre todo los asociados a la interpretación de los resultados debido en muchos casos a la complejidad de los cromatogramas que se obtienen.

1. INTRODUCCIÓN

La pirólisis analítica (Py-GC-MS) consiste en la descomposición térmica controlada en ausencia de oxígeno de moléculas orgánicas de gran tamaño cuyo análisis directo mediante cromatografía de gases o líquidos suele resultar inviable. Se produce una rotura de enlaces químicos que genera fragmentos de menor masa molecular y mayor volatilidad que pueden separarse por cromatografía de gases (GC) y detectarse, habitualmente, mediante espectrometría de masas (MS), lo que combina el alto poder de separación de

la primera con la alta capacidad de identificación que ofrece la segunda. Para evitar artefactos y reagrupamientos durante la pirólisis, esta se lleva a cabo bajo una atmósfera inerte (generalmente utilizando helio). La temperatura de pirólisis se considera a partir de 350 °C, temperaturas inferiores no logran romper enlaces fuertes y se consideran de sub-pirólisis o desorción térmica. Por ello, según la estabilidad térmica del material, se suelen emplear temperaturas de pirólisis entre 350 y 1100 °C (Kusch, 2012; Picó y Barceló, 2020).

Para la pirólisis analítica solo se necesitan pequeñas cantidades de muestra (desde microgramos hasta unos pocos miligramos), lo que la hace una técnica muy apropiada cuando se dispone de pequeñas cantidades de muestras o para analizar muestras preciosas, como objetos de arte, muestras arqueológicas, etc. Se puede realizar pirólisis analítica sobre muestras sólidas o líquidas (no acuosas) y, en muchos casos, los análisis se llevan a cabo de forma directa, reduciendo o eliminando completamente los pasos previos de preparación de las muestras, por lo que se considera una técnica de "química verde". De todas maneras, la pirólisis analítica es también compatible con los procedimientos habituales de extracción y limpieza de muestras.

La pirólisis utilizada con fines analíticos data de la década de los años 60, momento en que se combinó por primera vez con la cromatografía de gases con detectores de conductividad térmica y de balance de densidad de gas (Py-GC) para la identificación de sustancias de baja volatilidad (Dhont, 1961; Jones y Molyes, 1961). Años más tarde (1967), la técnica se combinó con la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (Py-GC-MS), lo que facilitó la identificación precisa de los productos de pirólisis

y amplió significativamente su potencial analítico (Merritt y Robertson, 1967; Oro y col., 1967). Los primeros trabajos incluyeron la determinación de los productos de pirólisis del isopreno (Oro y col., 1967) y de un grupo de aminoácidos y péptidos (Ratcliff y col., 1974).

Desde entonces, la Py-GC-MS ha evolucionado hasta convertirse en una técnica con una operatividad relativamente sencilla, fiable y versátil, aplicable a una amplia variedad de muestras, tanto líquidas como sólidas, y de diversa complejidad. De hecho, se ha aplicado con éxito al análisis de alimentos (McKnight Halket y Schulten, 1988), suelos (Girona-García y col., 2019), sedimentos (Fuse y col., 2016), residuos orgánicos (Rueda y col., 2022) o elementos de interés forense (Ortiz-Herrero y col., 2018) y artístico (Tamburini y col., 2017), entre otros. Además, recientemente, esta técnica ha adquirido un papel central en la identificación y cuantificación de microplásticos (MPs) y nanoplásticos (NPs) en muestras ambientales (Faraji y col., 2025; Torres-Agullo y col., 2024), alimentarias (Yue y col., 2024; Zuri y col., 2025) o biológicas (Lv y col., 2025; Tian y col., 2025), al ofrecer información cuantitativa basada en la masa de polímeros, algo no accesible mediante las diversas técnicas espectroscópicas empleadas habitualmente en este campo.

El objetivo de este artículo es ofrecer una visión general de los principios operativos y características instrumentales de la Py-GC-MS, así como mostrar su potencial, limitaciones y aplicabilidad en la identificación y cuantificación de MPs y NPs en matrices complejas, un ámbito en el que ha adquirido una notable relevancia en los últimos años.

2. INSTRUMENTACIÓN Y PRINCIPIOS OPERATIVOS DE LA Py-GC-MS

2.1. Tipos de pirolizadores

A lo largo de las últimas décadas, los sistemas de pirólisis acoplados a GC-MS han experimentado una notable evolución, pasando de dispositivos relativamente simples, diseñados únicamente para alcanzar altas temperaturas, a instrumentos mucho más controlados y optimizados que permiten una transferencia térmica rápida, precisa y reproducible. Este desarrollo ha dado lugar a distintas configuraciones, adaptadas tanto al tipo de muestra como al propósito

del análisis, y enfocadas en mejorar la eficiencia térmica, la homogeneidad del calentamiento y la calidad de los productos generados. En todos los casos, se requiere una cantidad reducida de muestra, dado que la zona de calentamiento está limitada para asegurar una pirólisis rápida, homogénea y una entrada efectiva de los pirolizados hacia la columna (Picó y Barceló, 2020; Seeley y Lynch, 2023). Entre las configuraciones más empleadas destacan: el pirolizador de horno o microhorno, el de filamento resistivo y el de punto de Curie, mostrados en la Figura 1. El primero forma parte de los denominados pirolizadores en modo continuo, en los que la zona de calentamiento se mantiene a una temperatura constante; mientras que los últimos funcionan en modo pulso, puesto que la muestra se introduce fría y recibe un pulso térmico concreto.

El pirolizador de microhorno (también denominado de horno vertical) consiste en un tubo de cuarzo hueco recubierto por un dispositivo calefactor que permite un calentamiento y enfriamiento rápido y homogéneo, favoreciendo la transferencia eficiente de los pirolizados hacia la columna y contribuyendo a mejorar la resolución cromatográfica (Seeley y Lynch, 2023). La muestra se introduce en el microhorno ya precalentado a la temperatura de pirólisis, utilizando cápsulas generalmente de acero inoxidable desactivado, aunque en algunos casos se utilizan cápsulas de otros materiales resistentes a altas temperaturas, como platino, vidrio o cuarzo (*Eco-Cup G Series; Py GC-MS Analysis of Organic Binders in Cultural Heritage*, 2022; *Selection of the Sample Cups*, 2022; La Nasa y col., 2019; Picó y Barceló, 2020). En el microhorno circula un flujo continuo de gas portador (normalmente He) que reduce la entrada de oxígeno ambiental y la pirólisis ocurre casi de inmediato, evitando la evaporación o degradación prematura de la muestra (Burnier y Maurer, 2024). Una vez que la pirólisis se ha llevado a cabo, la cápsula es expulsada del horno mediante un flujo presurizado del gas portador, si se dispone de un muestreador automático, o bien se retira manualmente con una herramienta específica (Technical note PYT-015E). Este sistema es el más utilizado en la actualidad, ya que permite un funcionamiento en continuo, mejora la reproducibilidad del análisis y ofrece una mayor versatilidad respecto al tipo y tamaño de muestra, pues se pueden utilizar mayores cantidades de muestra (habitualmente entre 0,1 y 0,5 mg) y cápsulas con volúmenes de hasta 80 μ L (Burnier y Maurer, 2024; Picó y Barceló, 2020; Seeley y Lynch, 2023). No obstante, el uso de cantidades excesivas de muestra puede generar sobrecar-

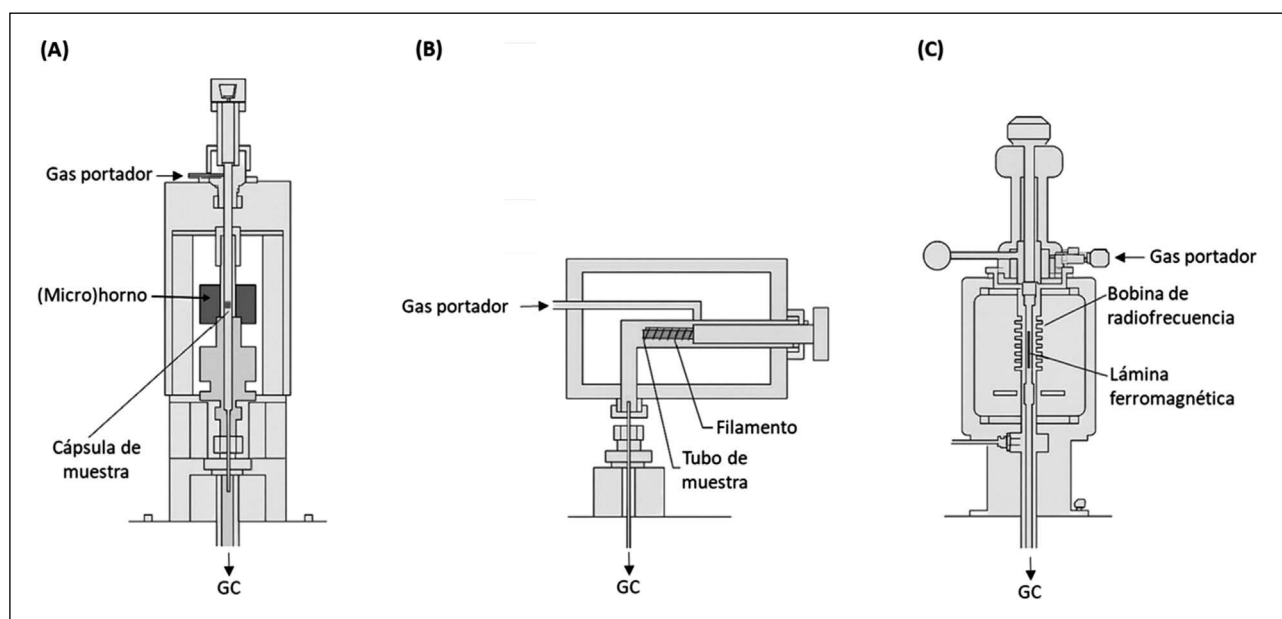


Figura 1. Esquema comparativo de los principales tipos de pirolizadores empleados en Py-GC-MS: A) Pirolizador de microhorno (calentamiento resistivo continuo); B) Pirolizador de filamento (calentamiento resistivo por pulso); C) Pirolizador de punto de Curie (calentamiento por inducción magnética a temperatura fija).

ga térmica, dificultar la transferencia completa de los productos de pirólisis o incrementar la formación de productos secundarios (Picó y Barceló, 2020; Seeley y Lynch, 2023).

Los pirolizadores de filamento se basan en el uso de un metal resistivo, normalmente platino, que alcanza rápidamente la temperatura de pirólisis mediante un pulso de alto voltaje, aunque los sistemas actuales permiten aplicar rampas de temperatura (Miller y col., 2022; Picó y Barceló, 2020). La muestra se deposita sobre una sonda metálica o dentro de un pequeño tubo de cuarzo, que se sitúan de manera que reciban calor del filamento. Sin embargo, dependiendo de la posición de la muestra, el calentamiento suele ser localizado y no tan uniforme como el proporcionado por un sistema de microhorno. Cuando se utiliza un tubo de cuarzo, la transferencia de calor hacia la muestra es indirecta, lo que dificulta controlar con precisión la duración de la pirólisis (Górecki y Poerschmann, 2001; Parsi y col., 2007). Además, la colocación de la muestra en este tipo de tubo de pirólisis puede resultar laboriosa y afectar la reproducibilidad del análisis (Burnier y Maurer, 2024). Asimismo, el pirolizador de filamento puede estar acoplado a una línea de transferencia en lugar de al inyector cromatográfico, lo que puede provocar que algunos compuestos se condensen al salir del horno de piróli-

sis y queden retenidos en dicha línea, especialmente los de alto punto de ebullición, comprometiendo la representatividad de los pirogramas (Burnier y Maurer, 2024).

Los pirolizadores de punto de Curie, menos comunes en la actualidad, operan por inducción magnética. En este caso, la muestra se coloca sobre un alambre de una aleación ferromagnética definida, que mediante una corriente eléctrica se fuerza a alcanzar su punto de Curie (temperatura a la cual la aleación pierde su magnetización), estabilizando la temperatura requerida de forma muy precisa y altamente reproducible (Sobeih y col., 2008). Este método evita el sobrecalentamiento y la degradación prematura de la muestra, ya que el calentamiento es extremadamente rápido (*Flash pyrolysis*) y cesa al alcanzarse el punto de Curie. Sin embargo, su uso está restringido por el tipo de filamentos disponibles, con distintos puntos de Curie (por ejemplo, 610 °C para determinadas aleaciones de Fe-Ni; unos 358 °C para aleaciones enriquecidas en Ni; y aproximadamente 770 °C para aleaciones ricas en Fe) (Kurkiewicz y col., 2003; Parsi y col., 2007; Sobeih y col., 2008). Además, esta técnica no permite realizar calentamientos progresivos de la muestra, por lo que no se puede utilizar para realizar otras técnicas complementarias, como por ejemplo análisis de los gases de evolución (EGA-MS). En términos generales,

los sistemas basados en calentamiento por punto de Curie tienden a generar menos productos secundarios que la pirólisis por microhorno, produciendo pirogramas más simples y fáciles de interpretar (Sobeih y col., 2008).

Hay que tener en cuenta que los tres tipos de pirolizadores comparten una limitación común: la posible deposición o condensación de productos de pirólisis, especialmente los de mayor punto de ebullición, en zonas con bajo flujo de gas portador o en puntos fríos, lo que puede provocar discriminación de compuestos (Parsi y col., 2007). Para minimizar esta discriminación, se introdujo en 2001 la pirólisis en columna (Górecki y Poerschmann, 2001), en la que la descomposición térmica se realiza en un tubo de acero inoxidable desactivado conectado al inyector del cromatógrafo por un extremo y a la precolumna por el otro. Sin embargo, al estar el pirolizador dentro del horno del GC, su funcionamiento puede verse limitado por la temperatura máxima de la fase estacionaria de la columna cromatográfica, normalmente menor a 400 °C. Por otro lado, el uso continuado de estos pirolizadores puede generar acumulación de residuos en las zonas expuestas, como el tubo de cuarzo, la aguja de interfaz, el puerto de inyección del GC y la fuente del MS, por lo que se recomienda realizar mantenimientos periódicos con una frecuencia ajustada al tipo de muestras (Lykemark y col., 2024).

Hoy en día existen pocas empresas que comercializan pirolizadores. Entre ellas destaca Frontier Laboratories Ltd., que dispone de un pirolizador de microhorno acoplable a un automuestreador con capacidad para 48 cápsulas (Auto-Shot Sampler AS-2020E; Multi-Shot Pyrolyzer EGA/PY-3030D). Este pirolizador permite distintos modos de operación, incluyendo EGA, *single-shot*, *double-shot* y *heart-cut*, si bien en este último caso se requieren accesorios específicos como el *Selective Sampler* o, para compuestos de baja volatilidad, una unidad criogénica (*MicroJet Cryo-Trap*). Por otro lado, también se encuentran otros fabricantes que comercializan distintos tipos de pirolizadores. Por ejemplo, CDS Analytical ofrece un pirolizador de filamento en su serie Pyroprobe (CDS 6150), Gerstel proporciona un pirolizador con filamento de platino apto para muestras sólidas y líquidas (Gerstel Pyrolysis System), y Japan Analytical Industry Co. Ltd. presenta un pirolizador híbrido que incorpora calentamiento por punto de Curie y microhorno, seleccionable según la naturaleza de la muestra, y que además permite realizar EGA (JHI-08).

2.2. Modos de operación de la Py-GC-MS

Dependiendo del tipo de pirolizador utilizado, la forma de introducir la muestra puede variar. Generalmente, cuando se utilizan cápsulas, las muestras sólidas previamente homogeneizadas mediante trituración o criomolienda pueden pesarse directamente (mediante micro- o ultramicrobalanzas) o, en el caso de muestras solubles en un disolvente adecuado, depositarse en disolución en la cápsula y dejar evaporar el disolvente antes de la pirólisis. De forma habitual, se añade posteriormente una pequeña cantidad de lana de cuarzo desactivada o filtro de fibra de vidrio para evitar pérdidas de la muestra, especialmente si se utiliza un automuestreador en los pirolizadores de microhorno, donde la cápsula cae por gravedad al interior del tubo de cuarzo (Cancapá-Cartagena y col., 2025; Šimkovic y col., 2023).

En algunos casos, y particularmente en estudios de determinación de MPs y NPs, se introduce directamente en la cápsula el propio filtro de fibra de vidrio utilizado durante la etapa de preparación de la muestra, en el que han quedado retenidas las partículas que se pretenden analizar (Coralli y col., 2023; Sefiloglu y col., 2025). Esto simplifica el manejo de la muestra, aunque también puede introducir señales asociadas al propio filtro, por lo que debe corregirse mediante controles adecuados.

Una vez colocada la muestra en el pirolizador, la pirólisis se puede realizar mediante distintos modos de operación, dependiendo del objetivo analítico. A efectos prácticos se describen a continuación los principales modos para un equipo de microhorno (Chu y col., 2025).

Análisis de gases de evolución (evolved gas analysis, EGA-MS)

Este modo se realiza principalmente para obtener el perfil térmico de descomposición de una muestra y para determinar las temperaturas óptimas de futuras desorciones térmicas y pirólisis. En este caso, la muestra se calienta de forma controlada y progresiva y el material volatilizado se eluye simultáneamente a través de un capilar corto y estrecho (comúnmente de 2,5 m de longitud y 0,15 mm de diámetro interno) sin fase estacionaria (hueco), que conecta el inyector del cromatógrafo directamente con el detector de MS. Como resultado, se obtiene un termograma, donde se representan las diferentes etapas de descomposi-

ción del material. Es importante destacar que el EGA no separa químicamente los compuestos; solo registra la evolución térmica del conjunto de especies volátiles y los principales iones moleculares que se producen en las distintas temperaturas.

Single-shot (pirólisis flash)

Este modo, el más común, consiste en realizar la pirólisis a una única temperatura de pirólisis, normalmente superior a 350 °C (dependiendo del material a analizar), fragmentando las macromoléculas de forma casi instantánea. La rapidez del proceso minimiza reacciones secundarias, aunque temperaturas demasiado altas pueden inducir fragmentación excesiva o modificar los patrones característicos de determinados polímeros (Patwardhan y col., 2011; Seeley y Lynch, 2023).

Double-shot

Combina una primera etapa, normalmente de desorción térmica (temperaturas inferiores a 350 °C), con una segunda etapa de pirólisis a temperaturas suficientemente elevadas (habitualmente superiores a 350 °C). Esta técnica permite, en la fase de desorción, identificar materiales levemente unidos al material (no covalente) como aditivos o contaminantes volátiles o semivolátiles, y en la fase de pirólisis, los componentes estructurales de la matriz polimérica, normalmente por rotura de enlaces covalentes. Si se desea, este modo también puede utilizarse exclusivamente para estudios de desorción térmica, sin que tenga lugar la pirólisis, para identificar únicamente los aditivos o contaminantes presentes.

Heart-cut EGA-GC-MS (corte selectivo)

Este modo combina el perfil térmico obtenido mediante EGA con una etapa de separación cromatográfica. Permite seleccionar zonas concretas del termograma y dirigir las hacia la columna del GC para su análisis posterior por GC-MS. De este modo, se aíslan productos de descomposición generados en intervalos térmicos específicos. Esto resulta especialmente útil en estudios de degradación, estudios de la composición de materiales complejos o la caracterización de trazas de aditivos o contaminantes.

Aunque actualmente la mayoría de los estudios de pirólisis se realizan en línea (*on-line*), en algunos casos

se utiliza pirólisis fuera de línea (*off-line*), en la que los pirolizados se retienen en un sorbente y posteriormente se desorben térmicamente o se eluyen con un disolvente adecuado antes del análisis por GC-MS (Seeley y Lynch, 2023; Torri y Fabbri, 2009). Algunos de estos trabajos han empleado estrategias como, por ejemplo, la extracción de pirolizados mediante microextracción en fase sólida (Torri y Fabbri, 2009), captura en trampas adsorbentes como carbón activado (Fabbri y col., 2002) o el uso de trampas frías de disolvente (Vidović y col., 2023) previo al análisis por GC-MS. Este enfoque permite conservar el pirolizado para análisis replicados o complementarios, pero introduce mayor complejidad y puede dificultar la determinación de compuestos muy volátiles (Seeley y Lynch, 2023).

Además, en estudios más recientes, la pirólisis se ha acoplado directamente al espectrómetro de masas (Py-MS), permitiendo una identificación rápida de los productos de descomposición sin necesidad de separación cromatográfica previa, si bien los espectros resultan con frecuencia altamente complejos y difíciles de interpretar (Wu y Wang, 2025; Zhang y col., 2025).

2.3. Pirólisis reactiva y derivatización

En determinadas situaciones, los productos de pirólisis presentan una elevada polaridad o baja compatibilidad con las fases estacionarias más empleadas en GC, lo que dificulta su identificación. Para superar estas limitaciones, se recurre a la denominada "pirólisis reactiva" o "termoquimiólisis", un enfoque en el que la derivatización tiene lugar *in situ*, dentro de la propia cámara de pirólisis (Käppler y col., 2018; Shadkami y Helleur, 2010), de modo que los grupos funcionales, como hidroxilo, carboxilo y amino, puedan transformarse en derivados metilados o fluoroacetilados (Challinor, 2001). Esta reacción ocurre de manera simultánea a la pirólisis térmica, aumentando la volatilidad, la estabilidad térmica y la detección por GC-MS. En conjunto, la derivatización mejora la sensibilidad para compuestos poco volátiles o polares y reduce la interferencia de componentes de la matriz (Picó y Barceló, 2020; Sobeih y col., 2008). Sin embargo, también presenta desventajas, ya que la mayoría de los agentes de derivatización son normalmente productos muy tóxicos, su uso complica la interpretación de los resultados, disminuye considerablemente la vida útil de las columnas cromatográficas y puede afectar a los detectores de espectrometría de masas.

El agente de derivatización más utilizado en la determinación de polímeros es el hidróxido de tetrametilamonio (TMAH), empleado por su capacidad para favorecer la metilación de grupos funcionales polares durante el calentamiento (Dibke y col., 2021; Fischer y col., 2019; Fischer y Scholz-Böttcher, 2017, 2019; Gómiero y col., 2019; Käßler y col., 2018; Matsui y col., 2020). Se utiliza sobre todo para polímeros como tereftalato de polietileno (PET), poliamidas y poliuretanos (PU), que contienen grupos funcionales polares susceptibles de metilación en condiciones de pirólisis (Coralli y col., 2023; Seeley y Lynch, 2023). Sin embargo, el TMAH presenta limitaciones relevantes: además de generar reacciones de metilación, puede inducir transesterificaciones no deseadas o alterar parcialmente los patrones característicos de ciertos polímeros, lo que debe considerarse al interpretar los pirogramas (Boulesteix y col., 2023). Además, el TMAH es un compuesto altamente tóxico y corrosivo (Huang y col., 2020; Lin y col., 2010), lo que ha impulsado la búsqueda de alternativas más seguras, entre ellas otros hidróxidos de amonio cuaternario (Sobeih y col., 2008) o reactivos sililantes, como el hexametildisilazano (HMDS), la N,O-bis(trimetilsilil)trifluoroacetamida u otros (Matsueda y col., 2023; Silva y col., 2015), si bien su uso en polímeros no es tan común y depende fuertemente de la matriz. En general, la elección del agente de derivatización depende del tipo de polímero, de los grupos funcionales presentes y del equilibrio entre mejora analítica y posibles artefactos de reacción.

2.4. Analizadores de masas más utilizados

El analizador de masas más utilizado actualmente en Py-GC-MS es el cuadrupolo simple (Q) debido a su robustez, sensibilidad suficiente para la mayoría de aplicaciones y rapidez de adquisición, así como a su compatibilidad con bibliotecas de espectros de referencia (Li y col., 2025; Picó y Barceló, 2020). En cuanto a los modos de adquisición, el registro completo del espectro de masas (*full scan*) es fundamental durante el desarrollo de métodos y la identificación cualitativa, mientras que el monitoreo de iones seleccionados (SIM) se emplea habitualmente para precisar la asignación de picos (los cromatogramas suelen ser muy complejos) y, en algunas ocasiones, para análisis cuantitativos o semi-cuantitativos, debido a la mejora en la relación señal-ruido respecto al modo *full scan* (Picó y Barceló, 2020).

En el caso particular de la aplicación de la Py-GC-MS a la determinación de MPs y NPs, la gran mayoría de los trabajos también emplean el cuadrupolo sim-

ple; sin embargo, crecientemente se han incorporado analizadores de triple cuadrupolo (QqQ), que permiten llevar a cabo espectrometría de masas en tándem (MS/MS). Estos equipos proporcionan una mayor selectividad y sensibilidad mediante el modo de monitorización de reacciones múltiples (MRM) (Li y col., 2025). Sin embargo, su uso en Py-GC-MS sigue siendo limitado, debido a que la pirólisis genera mezclas químicamente complejas con numerosos productos no conocidos a priori, lo que complica la selección previa de pares precursor-producto necesarios para operar en MRM. Además, la fragmentación inducida por pirólisis puede generar espectros poco específicos para ciertos polímeros, reduciendo la ventaja selectiva del QqQ (Picó y Barceló, 2020).

Por su parte, la MS de alta resolución (HRMS) se ha consolidado como una herramienta clave en la pirólisis analítica, si bien su uso sigue siendo menos frecuente que el de los cuadrupolos simples, principalmente por su mayor coste y complejidad operativa. Detectores como el tiempo de vuelo (TOF), el Q-TOF, el Orbitrap o el Q-Orbitrap permiten obtener alta sensibilidad, selectividad y resolución, así como una determinación precisa de los pirolizados mediante su masa exacta. Estas capacidades son especialmente útiles para la identificación de materiales desconocidos o degradados a partir de su huella química. En el ámbito de los MPs, la HRMS resulta especialmente útil para distinguir fragmentos térmicos de masa similar, detectar productos de degradación minoritarios y caracterizar aditivos o contaminantes asociados, tal y como han demostrado estudios recientes basados en TOF y Orbitrap (Torres-Agullo y col., 2024; Vilakati y col., 2020).

3. CAMPOS DE APLICACIÓN DE LA Py-GC-MS

Como se ha mencionado anteriormente, la Py-GC-MS se ha consolidado como una herramienta analítica versátil y eficiente para la caracterización de materiales orgánicos complejos mediante la generación de huellas químicas específicas. A diferencia de otras técnicas, permite estudiar moléculas de elevado peso molecular y de baja o prácticamente nula volatilidad, materiales envejecidos y matrices altamente heterogéneas para las que los métodos espectroscópicos convencionales a menudo no proporcionan información molecular suficiente. Su versatilidad se debe tanto a los diferentes modos de pirólisis disponibles como a la posibilidad de

aplicar pirólisis reactiva para mejorar la volatilidad de determinados compuestos.

Las aplicaciones de esta técnica abarcan campos muy diversos, pero todos comparten la necesidad de obtener información molecular en muestras complejas cuya composición puede haberse modificado, mezclado o degradado, y donde la muestra puede ser demasiado pequeña para aplicar otros métodos convencionales. Entre los principales ámbitos de aplicación cabe destacar el arte, patrimonio cultural y arqueología, las ciencias biológicas, el análisis ambiental, la industria alimentaria, la geoquímica y la ciencia forense, entre otros (Sam y Wampler, 2021).

3.1. Arte y patrimonio cultural

En el estudio de materiales patrimoniales o de arte, la Py-GC-MS permite la identificación de compuestos orgánicos presentes en pinturas (Raicu y col., 2025), barnices (Kargioti y col., 2021; Osete-Cortina y Doménech-Carbó, 2006) y adhesivos (Colombini y Modugno, 2004; Fu y col., 2024), proporcionando información sobre las técnicas artísticas originales y facilitando la selección de tratamientos de restauración adecuados. Estos materiales suelen encontrarse en mezclas complejas o en estados avanzados de deterioro, para los cuales las técnicas espectroscópicas pueden resultar insuficientes. Asimismo, en algunos estudios se han caracterizado aglutinantes proteicos en pinturas artísticas (Colombini y Modugno, 2004; Fu y col., 2024) y colorantes naturales empleados en obras de arte, como rubia, cúrcuma, azafrán e índigo (Casas-Catalán y Doménech-Carbó, 2005).

Por otro lado, en este campo la pirólisis reactiva (especialmente con TMAH) facilita la volatilización y mejora la detectabilidad y resolución cromatográfica de diterpenos y triterpenos presentes en algunos barnices y adhesivos, así como de determinados compuestos altamente polares empleados en tintes sintéticos (Chiavari y col., 2002; Osete-Cortina y Doménech-Carbó, 2005, 2006). Cabe señalar que la elección del agente de derivatización puede influir notablemente en el perfil químico obtenido, especialmente en materiales envejecidos u oxidados.

3.2. Ciencias biológicas

En el ámbito biológico, la pirólisis se emplea para caracterizar bacterias (Schmidt y col., 2006), esporas

(Goodacre y col., 2000), tejidos vegetales (Zodrow y Mastalerz, 2002), y biopolímeros naturales como la neuromelanina (Dzierzega-Leczna y col., 2006) o el ácido DL-láctico/glicólico (Urakami y col., 2001). La fragmentación térmica genera perfiles característicos de ácidos grasos, aminoácidos, carbohidratos y compuestos nitrogenados que sirven como huellas diagnósticas. Estos perfiles permiten diferenciar especies microbianas, estudiar mecanismos de degradación biológica o caracterizar biopolímeros de interés fisiológico.

3.3. Análisis ambiental

La Py-GC-MS desempeña un papel fundamental en la caracterización de la materia orgánica en suelos y sedimentos. Permite obtener información sobre el origen biológico de la materia orgánica (Jiménez-González y col., 2020), su grado de humificación (Bonnefoy-Claudet y col., 2025; Rueda y col., 2022; Šimkovic y col., 2023), la estabilidad química (Sanderman y Grandy, 2020) y la influencia de procesos ambientales como incendios, mineralización o interacción con minerales (Chen y col., 2020). La técnica contribuye a desentrañar la composición de sustancias húmicas, la degradabilidad de residuos orgánicos y la dinámica del carbono en suelos y en ambientes costeros (Kaal y col., 2022; Ma y col., 2018). Además, la Py-GC-MS ha demostrado ser una herramienta eficaz para la detección de contaminantes orgánicos específicos y sus productos de degradación en matrices biológicas complejas, como tejidos de organismos acuáticos, con aplicaciones en seguridad alimentaria y evaluación del riesgo de exposición (Prieto y col., 2020).

3.4. Industria alimentaria

La rapidez del análisis, junto con la mínima preparación de muestra, ha favorecido su uso en alimentos procesados donde las matrices son químicamente heterogéneas. En este sentido, en la industria alimentaria, la pirólisis se ha empleado durante décadas para el análisis de matrices complejas como café, té, galletas o cacao, mediante la determinación de macromoléculas naturales como proteínas, polisacáridos y lípidos (McKnight Halket y Schulten, 1988). También permite detectar adulteraciones (Qiu y Zhang, 2021), identificar proteínas vegetales añadidas a productos animales (Raghavan y col., 1986) y determinar el perfil de ácidos grasos en aceites vegetales (Qiao y col., 2019).

3.5. Ciencia forense

La pirólisis analítica es ampliamente reconocida como una técnica forense y se ha utilizado para la identificación y caracterización de materiales biológicos presentes en escenas del crimen y es, por tanto, de gran valor en investigaciones judiciales (Mussabekova y col., 2025; Nimi y col., 2024). También ha demostrado utilidad en el análisis de tintas, tóners (Egan y col., 2003), y fibras textiles (Causin y col., 2006), así como de pinturas (Zięba-Palus y col., 2008), adhesivos (Kumooka, 2006) u otros materiales poliméricos (leong y col., 2024), ofreciendo perfiles químicos reproducibles que facilitan la asociación entre un material desconocido y sus posibles fuentes de origen, generalmente mediante análisis comparativos.

Por todo ello, la Py-GC-MS se presenta como una técnica transversal y complementaria a los métodos espectroscópicos. Su capacidad para caracterizar con elevada sensibilidad y buena selectividad macromoléculas no volátiles, materiales degradados y matrices complejas a partir de cantidades muy pequeñas de muestra, la convierte en una herramienta esencial en numerosos ámbitos. Además, la diversidad de sus modos operativos amplía su alcance analítico, permitiendo identificar componentes de la matriz y aditivos o contaminantes adheridos a la misma.

4. IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE POLÍMEROS SINTÉTICOS MEDIANTE Py-GC-MS

4.1. Identificación de polímeros

La Py-GC-MS constituye una herramienta útil para la identificación y cuantificación de polímeros sintéticos en matrices complejas. Esta técnica destaca por generar “huellas químicas” específicas, resultado de los mecanismos de fragmentación térmica de cada polímero. Durante la pirólisis, los polímeros experimentan procesos de escisión aleatoria, despolimerización u otras reacciones radicalarias cuyo predominio depende de la estabilidad térmica de los enlaces, de la estructura macromolecular y de la presencia de grupos funcionales, que dan lugar a pirolizados mono- y oligoméricos. En la Figura 2, se muestran algunos de los pirolizados más característicos de distintos polímeros de interés. Estos compuestos pueden considerarse marcadores diagnósticos que permiten la identificación y la cuantificación de los polímeros presentes en

una muestra desconocida (Fischer y Scholz-Böttcher, 2017; Seeley y Lynch, 2023). Conviene destacar que el “pirolizado marcador” y el “ion monitorizado” no son conceptos equivalentes. El compuesto diagnóstico corresponde al oligómero o fragmento generado durante la pirólisis, mientras que el ion empleado para su cuantificación en ionización electrónica es normalmente uno de sus fragmentos más abundantes y estables. Por tanto, el ion de cuantificación no representa necesariamente el ion molecular del pirolizado, sino un fragmento característico derivado de él.

Sin embargo, la especificidad de estos compuestos puede verse comprometida en matrices ambientales ricas en materia orgánica, en materiales envejecidos o en polímeros que comparten motivos estructurales y, por tanto, patrones de fragmentación similares. Por ello, la identificación de un polímero no debería basarse en un único marcador, sino en el análisis conjunto de varios fragmentos característicos y del patrón global de fragmentación (Lou y col., 2022). Este enfoque reduce falsos positivos y aumenta la fiabilidad en matrices complejas especialmente en muestras ambientales o degradadas.

En consecuencia, la identificación de polímeros mediante Py-GC-MS requiere el uso de bibliotecas específicas que incluyan pirolizados característicos generados bajo condiciones controladas de pirólisis. En este sentido, el software F-Search de Frontier Laboratories Ltd. constituye una excelente herramienta, ya que proporciona espectros que permiten identificar polímeros y aditivos a partir de termogramas de EGA y pirogramas obtenidos mediante Py-GC-MS. Este software facilita la comparación directa entre datos obtenidos en diferentes modos de operación y está compuesto por el propio software de búsqueda y por cuatro colecciones complementarias de referencia (EGA, pirogramas, pirolizados y aditivos) (F-Search System). Asimismo, también existen textos de referencia de gran utilidad para la caracterización de polímeros de síntesis (Tsuge y col., 2011).

En la Tabla 1 se muestran de manera resumida las relaciones masa/carga (m/z) de los pirolizados comúnmente monitorizados para cuantificar y confirmar algunos polímeros. Aunque el compuesto marcador suele coincidir con el pirolizado más abundante, esto no siempre garantiza su especificidad, puesto que algunos productos de pirólisis pueden originarse también a partir de otras matrices orgánicas (El Hayany y col., 2021). Por ejemplo, el estireno muestra una señal muy intensa en la pirólisis del poliestireno (PS), mien-

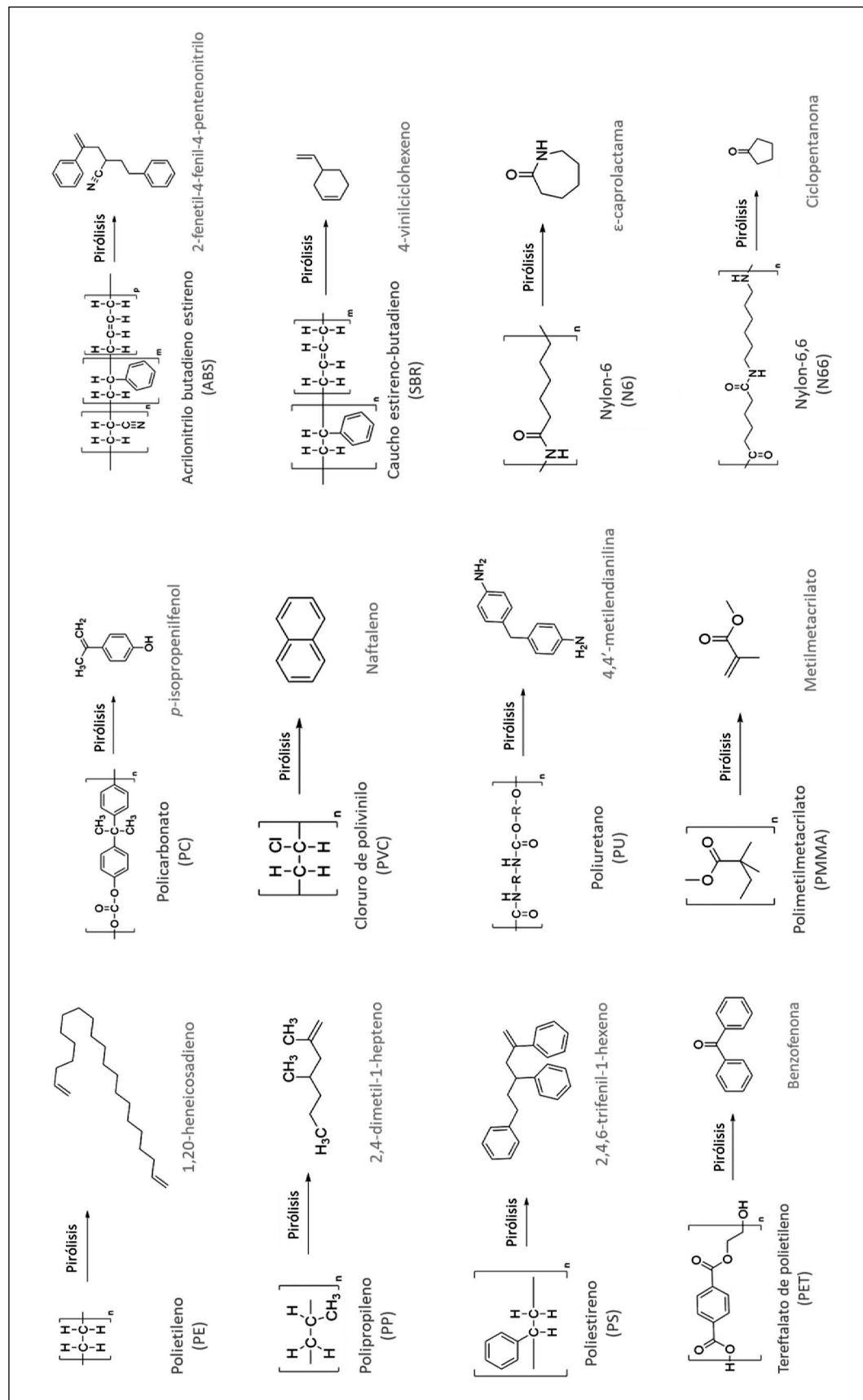


Figura 2. Estructuras de los pirolizados característicos generados a partir de distintos polímeros.

Tabla 1. Pirolizados comúnmente monitorizados para la cuantificación y confirmación de diferentes polímeros.

Polímero	Pirolizado	m/z	Referencia
PE	1,20-heneicosadieno	82	(Matsueda y col., 2021; Santos y col., 2023; Torres-Agullo y col., 2024)
	1-tetradeceno	83	(Fan y col., 2022; Gomiero y col., 2019)
	1-deceno	83	(Okoffo y col., 2020; Ribeiro y col., 2020)
PP	2,4-dimetil-1-hepteno	70	(Fan y col., 2022; Fischer y Scholz-Böttcher, 2017; Santos y col., 2023)
	2,4,6-trimetil-1-hepteno	126	(Ribeiro y col., 2020)
	2,4,6,8-tetrametil-1-undeceno	69	(Dibke y col., 2021; Fischer y Scholz-Böttcher, 2017)
PS	5-hexen-1,3,5-triyltribenceno (trímero del estireno)	91	(Fischer y Scholz-Böttcher, 2017; Li y col., 2025; Matsueda y col., 2021)
	3-buten-1,3-diyl-dibenceno	130	(Fischer y Scholz-Böttcher, 2017; Ribeiro y col., 2020)
	Estireno	104	(Fischer y Scholz-Böttcher, 2017; Sullivan y col., 2020)
PET	Ácido benzoico	122	(Matsueda y col., 2021; Ribeiro y col., 2020)
	Dimetil tereftalato	163	(Dibke y col., 2021; Fischer y Scholz-Böttcher, 2017)
	Benzofenona	182	(Ishimura y col., 2021; Santos y col., 2023)
PC	Bisfenol A	213	(Matsueda y col., 2021; Torres-Agullo y col., 2024; Zuri y col., 2025)
	p-isopropenilfenol	134	(Li y col., 2025; Santos y col., 2023; Ishimura y col., 2021)
PVC	Naftaleno	128	(Matsueda y col., 2021; Santos y col., 2023; Sullivan y col., 2020)
	Benceno	78	(Dibke y col., 2021; Fan y col., 2022; Fischer y Scholz-Böttcher, 2017)
	1-metilnaftaleno	142	(Gomiero y col., 2019; Zuri y col., 2025)
PU	4,4'-difenilmetano diisocianato	250	(Matsueda y col., 2021)
	4,4'-bis(N-metilnilina)metano	198	(Santos y col., 2023)
PMMA	Metilmetacrilato	100	(Fischer y Scholz-Böttcher, 2017; Matsueda y col., 2021; Santos y col., 2023)
	Metilacrilato	85	(Fischer y Scholz-Böttcher, 2017)
ABS	2-fenil-4-fenil-4-pentenitrilo	170	(Matsueda y col., 2021; Santos y col., 2023; Ishimura y col., 2021)
	5-fenil-1H-benzotriazol	91	(Cancapá-Cartagena y col., 2025)
SBR	4-fenilciclohexeno	104	(Santos y col., 2023)
	4-vinilciclohexeno	54	(Miller y col., 2022; Ishimura y col., 2021)
	1-cianobutano	39	(Cancapá-Cartagena y col., 2025)
N6	ε-caprolactama	113	(Fan y col., 2022; Fischer y Scholz-Böttcher, 2017; Matsueda y col., 2021)
N66	Ciclopentanona	84	(Matsueda y col., 2021; Santos y col., 2023; Torres-Agullo y col., 2024)
	Hexeno	84	(Gomiero y col., 2019)

tras que el benceno puede actuar como marcador de cloruro de polivinilo (PVC), caucho de butadieno (BR) y caucho estireno-butadieno (SBR); sin embargo, ambos compuestos también pueden generarse durante la pirólisis de sustancias naturales presentes en la matriz analítica (Primpke y col., 2020; Seeley y Lynch, 2023). Esta baja especificidad es habitual en los frag-

mentos de baja masa, ya que estos pueden formarse a partir de una amplia variedad de componentes orgánicos presentes en matrices ambientales. Por el contrario, los fragmentos y oligómeros de mayor masa —derivados directamente de la estructura macromolecular del polímero— suelen ser mucho más informativos. Por esta razón, se recomienda utilizar el

trímero de estireno (ion molecular m/z 312) o relaciones entre estireno y tolueno como marcador selectivo del PS, reduciendo interferencias procedentes de la materia orgánica ambiental.

La abundancia relativa de estos pirolizados depende fuertemente de la temperatura de pirólisis y del tiempo de residencia, por lo que variaciones en estos parámetros pueden modificar de forma significativa el patrón observado en muestras reales. Conviene recordar que, en espectrometría de masas con ionización electrónica, los iones de cuantificación no suelen corresponder al ion molecular del pirolizado, sino a fragmentos abundantes y estables que actúan como señales analíticas representativas del compuesto objeto de estudio (por ejemplo, el m/z 91 en el caso del trímero del estireno) (Okoffo y col., 2020). No obstante, incluso con estos marcadores, la presencia de compuestos aromáticos derivados de la biomasa puede comprometer la cuantificación en matrices muy complejas. Además, para el PS se ha demostrado que la derivatización no resuelve completamente el problema ocasionado por interferencias ambientales (Píco y Barceló, 2020; Zhou y col., 2019), por lo que la selección combinada de varios fragmentos diagnósticos sigue siendo el enfoque más robusto.

En muestras complejas, la coexistencia de varios polímeros puede inducir interacciones entre ellos durante la pirólisis, generar reacciones secundarias y alterar la respuesta analítica, lo que puede originar errores sistemáticos en la cuantificación de los distintos polímeros presentes (Matsueda y col., 2021). Estas interacciones suelen provocar tanto incrementos como disminuciones en la intensidad de los pirolizados característicos, dependiendo de la composición de la mezcla, así como de la compatibilidad estructural de los polímeros (Seeley y Lynch, 2023). En este sentido, Steinmetz y col. (Steinmetz y col., 2020) observaron que el polipropileno (PP) puede sobreestimarse al emplear 2,4-dimetil-1-hepteno como marcador en presencia de polietileno (PE), debido a la formación conjunta de fragmentos similares por ambos polímeros. Estas interacciones tienen una base claramente química: tanto PE como PP experimentan mecanismos de escisión radicalaria similares durante la pirólisis (principalmente escisión β), lo que facilita la formación de fragmentos compatibles y parcialmente solapados (Qin y col., 2026). Este fenómeno se acentúa cuando uno de los polímeros es mayoritario o cuando las condiciones de pirólisis favorecen rutas secundarias, mientras que su impacto es mucho menor cuando las proporciones relativas son bajas o los polí-

meros presentan estructuras químicamente distintas (por ejemplo, PET frente a PE) y, por tanto, procesos de pirólisis diferentes (Lian y col., 2024). Sin embargo, la magnitud de estas interferencias para polímeros comunes como PE, PP y PS suele ser moderada (en torno al 10% en las condiciones evaluadas).

También se ha comprobado que, en matrices complejas donde coexisten múltiples polímeros, estas interacciones pueden dar lugar a respuestas no lineales, dificultando la cuantificación precisa (Matsueda y col., 2021). Por tanto, el uso de curvas de calibración individuales para cada polímero debe aplicarse con cautela en muestras complejas y, siempre que sea posible, complementarse con ensayos de mezcla controlada o modelos multicomponente que permitan evaluar la influencia recíproca entre los distintos polímeros. Por todo ello, la cuantificación de polímeros sintéticos mediante Py-GC-MS requiere no solo el uso de marcadores específicos, sino también procedimientos de calibración adecuados, estrategias de corrección de matriz y el empleo de estándares internos (ISs) seleccionados adecuadamente.

4.2. Uso de estándares internos en la cuantificación de polímeros

La cuantificación de productos de pirólisis analítica es un aspecto controvertido y presenta algunas limitaciones. Sin embargo, pueden utilizarse ISs en Py-GC-MS y constituye una buena práctica que ayuda a mejorar la precisión, exactitud y reproducibilidad del método analítico. Su adición, realizada generalmente justo antes de la pirólisis, proporciona una referencia constante que permite normalizar la respuesta de los compuestos de interés y compensar variaciones instrumentales o derivadas del proceso de pirólisis y de la inyección (Unice y col., 2012).

Aunque la bibliografía disponible ofrece escasa información sobre el efecto del modo de incorporación del IS, este es también un aspecto crítico, ya que determina qué fuentes de variabilidad corrige. En este sentido, cuando el IS se mezcla directamente con el polímero o con el diluyente en forma sólida, permite compensar diferencias de transferencia térmica y eficiencia de pirólisis. Si se añade como una pequeña gota de una disolución estándar sobre la cápsula o el filtro y se evapora el disolvente, el IS corrige principalmente variaciones de inyección, pero no necesariamente las asociadas al proceso de pirólisis. Por otra parte, cuando se deposita y evapora directamente so-

bre los filtros empleados en la preparación de muestras de MPs y NPs, su función principal es compensar pérdidas por adsorción o redistribución durante la manipulación. Por ello, la elección del formato de adición debe ser coherente con la etapa analítica que se pretende normalizar. La selección del IS también debe basarse en la similitud estructural con los pirolizados del polímero objetivo (Seeley y Lynch, 2023). En general, los ISs aromáticos resultan adecuados para polímeros aromáticos como PS o PC, mientras que para polímeros alifáticos como PE o PP se prefieren compuestos de cadena larga con patrones de fragmentación comparables, y para polímeros acrílicos, como polimetilmetacrilato (PMMA), los ésteres metacrílicos modificados ofrecen un comportamiento más representativo. Esta correspondencia estructural mejora la corrección de variaciones en la eficiencia de pirólisis y en la generación de pirolizados diagnósticos.

Por tanto, la elección del IS depende del polímero objetivo y del tipo de productos generados durante la pirólisis. Además, estos compuestos deben ser estables térmicamente, tener un comportamiento similar al de los polímeros analizados y no estar presentes en la matriz ni generar interferencias cromatográficas. Entre los más utilizados en Py-GC-MS se encuentran el estireno- d_8 (Funck y col., 2020), el antraceno (deuterado (Matsui y col., 2020) o no (Nakano y col., 2022)), el clorobenceno- d_5 (Sullivan y col., 2020) y el ácido colánico (Fan y col., 2022). El PS- d_5 también se ha utilizado ampliamente como IS, generalmente disuelto en diclorometano (Dierkes y col., 2019; Torres-Agullo y col., 2024; Zuri y col., 2025). No obstante, puede experimentar un intercambio isotópico H/D durante la pirólisis, comprometiendo su identificación (Lauschke y col., 2021). Este efecto depende en gran medida de la matriz inorgánica y es más significativo cuando se emplean sustratos como filtros de óxido de aluminio. Para superar esta limitación, Lauschke y col. (2021) propusieron el poli(4-fluoroestireno) como alternativa más estable para la cuantificación de PE, PP y PS.

En análisis multicomponente, se han utilizado mezclas de ISs que representen distintos tipos estructurales de polímeros con el fin de simular las interacciones entre ellos y mejorar la calibración global del método (Dibke y col., 2021; Fischer y col., 2019; Primpke y col., 2020). Un ejemplo representativo fue propuesto por Fischer y Scholz-Böttcher (2019), que desarrollaron una mezcla de ISs compuesta por 9-dodecil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidroantraceno, antraceno- d_{10} , androestano y ácido colánico (cada uno a

0,02 mg/mL en n-hexano). Estos compuestos actuaban como análogos de diferentes tipos de pirolizados, incluyendo alifáticos, aromáticos planos y aromáticos no polares, lo que permitió reducir la desviación estándar de las determinaciones de 100 a 6 μ g.

Es importante señalar que el uso de un IS no corrige interferencias derivadas de reacciones secundarias entre polímeros, efectos catalíticos del diluyente o alteraciones del patrón de pirólisis inducidas por la matriz. El IS compensa variaciones instrumentales y de inyección, así como parte de la variabilidad inherente al propio proceso de pirólisis, pero no evita la formación de oligómeros solapados ni las desviaciones sistemáticas producidas cuando coexisten polímeros con mecanismos de degradación compatibles (Seeley y Lynch, 2023). Por ello, incluso empleando ISs, la interpretación de los resultados debe considerar las posibles interacciones químicas entre polímeros y la influencia de la matriz.

A pesar de los avances, el uso de ISs en Py-GC-MS continúa limitado por la escasa disponibilidad comercial de polímeros marcados isotópicamente, en concreto aquellos marcados con ^{13}C , que serían los más adecuados desde un punto de vista químico, pero presentan un coste elevado (Seeley y Lynch, 2023). Como consecuencia, aún se requiere una evaluación más exhaustiva de los ISs más apropiados según la matriz y el tipo de polímero, así como el desarrollo de materiales de referencia certificados específicos para Py-GC-MS que permitan mejorar la comparabilidad de los resultados entre laboratorios.

4.3. El papel de los diluyentes en la pirólisis analítica

La adición de un diluyente inorgánico es una práctica habitual en la preparación de estándares y submuestras para la determinación de polímeros mediante Py-GC-MS. Estos compuestos facilitan la preparación de mezclas estándar que contienen microgramos de varios polímeros distribuidos sobre un sustrato inerte, lo que permite una comparación fiable entre estándares y muestras, y la construcción de curvas de calibración representativas (Technical note PYA1-144E; Technical note PYA1-145E). Además de facilitar la manipulación y pesada de cantidades muy pequeñas de polímero (del orden de microgramos), los diluyentes contribuyen a homogeneizar la transferencia de calor durante la pirólisis, lo que mejora la reproducibilidad del pa-

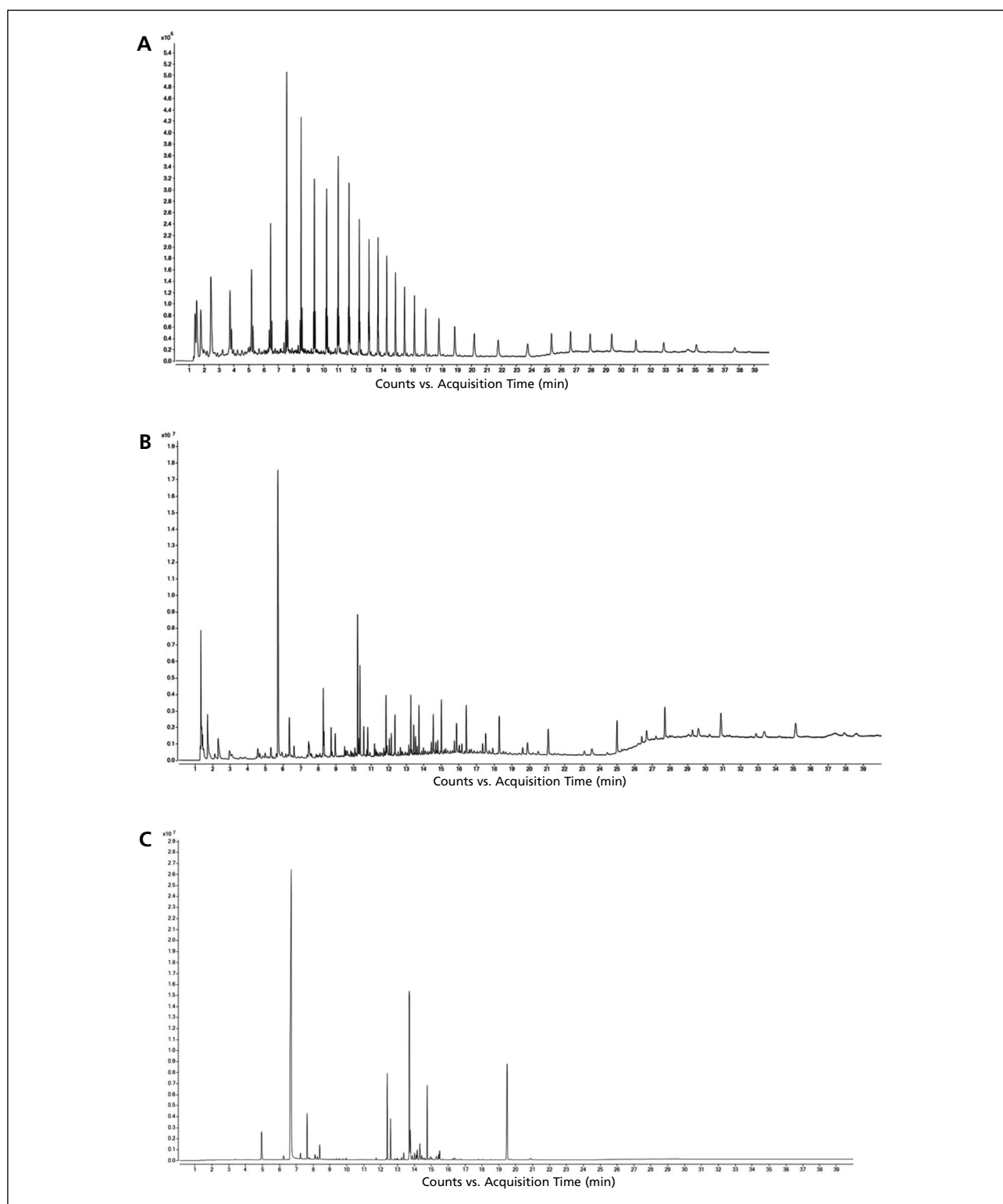


Figura 3. Pirogramas TIC obtenidos por Py-GC-MS de polietileno (A), polipropileno (B) y poliestireno (C). Cada polímero (50 μg) se pesó en cápsulas individuales junto con 50 μg de CaCO_3 . Pirólisis a 600 $^{\circ}\text{C}$ y temperatura de la interfaz 300 $^{\circ}\text{C}$. Condiciones de GC: columna Ultra ALLOY-MP (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.50 μm); programa de temperatura 40 $^{\circ}\text{C}$ (2 min), 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta 280 $^{\circ}\text{C}$ (10 min) y 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta 320 $^{\circ}\text{C}$ (15 min); helio como gas portador a presión constante (21,7 psi). Rango de adquisición: m/z 29-350.

trón de pirolizados; sin embargo, es necesario llevar a cabo más investigaciones que evalúen este efecto (Technical note PYA1-143E; Matsueda y col., 2021). Hoy en día, algunas casas comerciales ofrecen mezclas de polímeros premezcladas con diluyentes (generalmente SiO_2 o CaCO_3) para la calibración y validación de metodologías analíticas (Frontier Lab).

Los diluyentes sólidos son los más utilizados, especialmente el SiO_2 desactivado (Matsueda y col., 2021) o el CaCO_3 (Cancapá-Cartagena y col., 2025), aunque también se han utilizado otros óxidos metálicos como el Al_2O_3 (Fischer y Scholz-Böttcher, 2017). En algunos casos se emplean diluyentes líquidos, como tetrahidrofurano o hexafluoropropan-2-ol, particularmente útiles para la dispersión homogénea de polímeros en matrices complejas (Grafinger y col., 2024). En la Figura 3, se muestran los pirogramas de tres de los polímeros más comunes con CaCO_3 .

La elección del diluyente es un aspecto importante, ya que algunos compuestos inorgánicos pueden interactuar con los productos de pirólisis o actuar como catalizadores, modificando el perfil del pirograma y favoreciendo reacciones secundarias, lo que podría afectar a la precisión y reproducibilidad de los análisis. En este sentido, se ha demostrado, por ejemplo, que el uso de ciertos óxidos o carbonatos no desactivados puede alterar los productos de pirólisis del PU (Technical note PYA1-143E; Technical note PYA1-144E), y que el CaCO_3 puede tener actividad catalítica en la pirólisis de determinados polímeros, favoreciendo la conversión de pirolizados lábiles en compuestos más estables y adecuados para su análisis mediante GC-MS (Cancapá-Cartagena y col., 2025; Faraji y col., 2025; Ishimura y col., 2021). En particular, el CaCO_3 puede descomponerse parcialmente a CO_2 bajo condiciones de pirólisis (Ishimura y col., 2021), lo que puede provocar distorsiones transitorias en la línea de base o saturación del detector en los primeros instantes del cromatograma, un aspecto que debe tenerse en cuenta en la interpretación de compuestos que eluyen tempranamente.

Además, en el momento de la selección del diluyente se debe considerar la naturaleza de los polímeros a determinar. En este sentido, el CaCO_3 puede emplearse como diluyente para la mayoría de los polímeros, en particular para el PET, pues mejora la linealidad de la calibración debido a la conversión catalítica de uno de sus pirolizados (Technical note PYA1-145E). Asimismo, polímeros como PU no deben analizarse con SiO_2 , ya que la superficie ácida de este óxido pue-

de favorecer la escisión de los enlaces uretano y promover la adsorción de aminas y otros pirolizados polares, reduciendo su recuperación y alterando el patrón de pirólisis, por lo que para PU se recomienda emplear CaCO_3 como diluyente (Technical note PYA1-144E). Estas interacciones pueden afectar directamente a la identificación y cuantificación de los polímeros si no se consideran en la preparación de los estándares y en la interpretación de los pirogramas. Por este motivo, cuando se emplean estos diluyentes en los calibrados o en la validación de una metodología, es imprescindible añadirlos también a las cápsulas que contienen las muestras, para asegurar que la matriz de referencia y la muestra sean comparables.

5. APLICACIONES DE LA Py-GC-MS EN LA DETERMINACIÓN DE MICRO- Y NANOPLÁSTICOS

La contaminación ambiental por MPs y NPs representa uno de los desafíos ambientales más relevantes a nivel global, debido a su persistencia, ubicuidad e impacto sobre la salud de los ecosistemas y de los seres humanos (Gaur y col., 2025). En este contexto, la identificación y cuantificación de estas partículas en matrices ambientales, alimentarias y biológicas resulta esencial para evaluar su distribución, fuentes y posibles riesgos. Sin embargo, es fundamental confirmar que el material detectado corresponde efectivamente a polímeros sintéticos y no a partículas naturales. Para ello, resultan imprescindibles los métodos de identificación química, especialmente en el caso de partículas de tamaño inferior a 1 mm, donde la inspección visual es prácticamente inviable (Prata y col., 2019).

Tradicionalmente, la caracterización de MPs se ha realizado mediante técnicas espectroscópicas, como la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y Raman, que permiten clasificar las partículas según su composición, morfología, tamaño y color sin necesidad de destruirlas (Huppertsberg y Knepper, 2018; Käßler y col., 2018; Prata y col., 2019; Rocha-Santos, 2017). Las versiones convencionales de estas técnicas se aplican principalmente a partículas de tamaño superior a 500 μm , mientras que sus variantes microscópicas (μFTIR y μRaman) permiten la identificación individual de partículas mucho más pequeñas: el μFTIR permite detectar partículas de entre 10 y 20 μm (hasta 5-10 μm en modo reflectancia total atenuada), mientras que el μRaman alcanza resoluciones cercanas a 1 μm , e incluso ligeramente inferiores

según el sistema óptico empleado (Maurizi y col., 2023; Othman y col., 2023).

Si bien la espectroscopía FTIR y Raman permiten la identificación de partículas individuales, su capacidad para cuantificar el contenido total de polímeros es limitada. En este sentido, las técnicas termoanalíticas, y en particular la Py-GC-MS, constituyen una alternativa complementaria orientada a la determinación de la masa total de polímeros, incluso en matrices muy complejas o heterogéneas (Huppertsberg y Knepper, 2018; Müller y col., 2020). Además, la Py-GC-MS no depende del tamaño individual de las partículas, sino de la masa total de polímero presente (Seeley y Lynch, 2023). Por tanto, aunque no aporta información sobre la morfología o el tamaño de las partículas, destaca por su elevada sensibilidad, selectividad y capacidad de análisis global.

La preparación de la muestra representa una etapa crítica en la determinación de MPs y NPs mediante Py-GC-MS, debido a las bajas concentraciones y a la necesidad de concentrar suficientes partículas para superar los límites de detección instrumentales (Cai y col., 2021). Generalmente, se realizan procesos de separación por densidad utilizando disoluciones de NaCl, ZnCl₂, NaI, NaBr o metatungstato de sodio (Gomiero y col., 2019; K  ppler y col., 2018; Prata y col., 2019), siendo a veces necesario llevar a cabo filtraciones secuenciales (Funck y col., 2020; Huppertsberg y Knepper, 2018). En muestras con un alto contenido de materia org  nica, suele realizarse previamente una digesti  n h  meda empleando agentes oxidantes,   cidos, bases o enzimas para eliminar la materia org  nica sin degradar los pol  meros (Fischer y Scholz-B  ttcher, 2017; Gomiero y col., 2019). Tras la filtraci  n, los MPs o NPs se retienen sobre filtros (com  nmente de fibra de vidrio o politetrafluoroetileno), que pueden introducirse directamente en el pirolizador como se mencion   anteriormente (Dibke y col., 2021; Fischer y col., 2019; Steinmetz y col., 2020). En algunos casos, no se introduce todo el filtro sino una parte del mismo (Gomiero y col., 2019; Primpke y col., 2020; Unice y col., 2012), siendo necesario que el   rea analizada sea representativa (Huppertsberg y Knepper, 2018). La representatividad del   rea filtrada es fundamental, especialmente cuando la distribuci  n de partículas no es homog  nea (Gregoris y col., 2023). Alternativas recientes en la preparaci  n de la muestra incluyen la extracci  n con l  quidos presurizados (Dierkes y col., 2019; Okoffo y col., 2020) o la extracci  n en punto de nube con surfactantes como Triton X-45 para concentrar NPs (Zhou y col., 2019).

En la Tabla 2 se recogen diversos estudios que han determinado MPs y NPs mediante Py-GC-MS, empleando los tres tipos de pirolizadores descritos anteriormente. Sin embargo, puede observarse una evoluci  n clara en la elecci  n de estos sistemas, ya que en los primeros trabajos se utilizaban principalmente pirolizadores de filamento o de punto de Curie (Fischer y Scholz-B  ttcher, 2017; Sullivan y col., 2020), mientras que, en los   ltimos a  os, el microhorno se ha consolidado como la opci  n predominante (Rivero y col., 2020; Fan y col., 2022; Gao y col., 2024; Li y col., 2025). Esta transici  n refleja la necesidad de establecer m  todos m  s reproducibles y capaces de procesar mayores cantidades de muestra. Adem  s, el uso creciente del modo de *double-shot* ha permitido reducir la contribuci  n de interferencias de la materia org  nica, optimizando la identificaci  n y cuantificaci  n de los pol  meros (Okoffo y col., 2020; Pic   y Barcel  , 2020), as   como permitir la determinaci  n de los aditivos a  adidos a los pl  sticos (La Nasa y col., 2021).

Desde su primera aplicaci  n a la determinaci  n de MPs ambientales en 2013 (Fries y col., 2013), la Py-GC-MS ha sido utilizada con   xito en una amplia variedad de matrices, como se observa en la Tabla 2, incluyendo suelos (Chouchene y col., 2022; Steinmetz y col., 2020; Watteau y col., 2018), compost y bios  lidos (Okoffo y col., 2020; Watteau y col., 2018), sal (Fischer y col., 2019), sedimentos (Doyen y col., 2019; Fischer y Scholz-B  ttcher, 2019; Gomiero y col., 2019; K  ppler y col., 2018), aguas residuales (Bonaccorso y col., 2025; Funck y col., 2020), aguas superficiales (Sullivan y col., 2020; Zhou y col., 2019), aire (Torres-Agullo y col., 2024), e incluso organismos vivos (Fischer y Scholz-B  ttcher, 2017; Hermabessiere y col., 2018), demostrando una notable sensibilidad y reproducibilidad.

Sin embargo, a pesar de sus ventajas, la caracterizaci  n de MPs y NPs mediante Py-GC-MS contin  a enfrent  ndose a importantes desaf  os. Entre ellos se incluyen la falta de protocolos estandarizados tanto en la preparaci  n de muestras como en los par  metros de pir  lisis, as   como la escasa disponibilidad de materiales de referencia (Pic   y Barcel  , 2019; Rochman y col., 2017). La importancia de establecer metodolog  as comunes se refleja en un estudio comparativo internacional, en el que 30 laboratorios de 8 pa  ses analizaron las mismas muestras de agua y observaron grandes discrepancias en los resultados, incluso utilizando metodolog  as similares (M  ller y col., 2020). Por tanto, estos resultados destacan la necesidad de utilizar protocolos estandarizados y el

Tabla 2. Estudios que emplean pirólisis-GC-MS para la caracterización de MPs y NPs.

Polímeros determinados	Muestra	Preparación de la muestra	Tipo de pirolizador	Analizador utilizado	Comentarios	Referencia
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PU, ABS, EVA y N6	Sedimentos marinos	Separación por densidad	TDS y microhorno	Q	—	(Fries y col., 2013)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA y N6	Pescados	Digestión y separación por densidad	De punto de Curie	Q	Se usó TMAH como agente derivatizante.	(Fischer y Scholz-Böttcher, 2017)
PE, PP, PS, PET y PVC	Agua del océano Atlántico Norte	Digestión y filtración	Microhorno	Q	MPs recogidos durante navegación con redes manta. Se usó TMAH como agente derivatizante.	(Ter Halle y col., 2017)
PE, PP, PS, PET, PVC, ABS y PE/PP	Sedimentos en playas de arena	Separación por densidad y filtración	Microhorno programable (EGAPY)	Q	—	(Doyen y col., 2019)
PE, PP, PS, PET, PVC y PMMA	Ostras, camarones, calamares, cangrejos y sardinas	Digestión y filtración	Microhorno programable (EGAPY)	Q	—	(Ribeiro y col., 2020)
PP, PS y PVC	Agua de río	Filtración	Microhorno de filamento resistivo (CDS pyroprobe)	TOF	Clorobenceno-d ₅ fue usado como IS.	(Sullivan y col., 2020)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC y PMMA	Agua de mar	Filtración y digestión (cuando fuera necesario)	Microhorno programable (EGAPY)	Q	Se usó TMAH como agente derivatizante. Se usó un IS, aunque no se especifica cuál.	(Dibke y col., 2021)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA y N6	Deposición atmosférica	Filtración y digestión	Microhorno programable (EGAPY)	Q	Se usó 5β-ácido colánico como IS.	(Fan y col., 2022)
PE, PP, PET, PAN y N6	Suelos agrícolas	Molienda, tamizado, separación por densidad, digestión y filtración	Microhorno programable (EGAPY)	Q	—	(Chouchene y col., 2022)
PE, PP, PS, PET, PC y PMMA	Organismos bentónicos marinos	Digestión y filtración	Microhorno de filamento resistivo (CDS pyroprobe)	QqQ	—	(Albignac y col., 2022)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA, N6 y rayón	Agua de consumo	Filtración	Sonda resistiva automática (GERSTEL Twister, CDS Analytical)	Trampa de iones	—	(Hernandez y col., 2023)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PU, PMMA, SBR, ABS, N6 y N66	Arena de playa	Fragmentación	Microhorno programable (EGAPY)	Q	—	(Santos y col., 2023)
PE, PP, PS, PET, PC y PMMA	Agua de consumo	Filtración	Microhorno de filamento resistivo (CDS pyroprobe)	QqQ	—	(Albignac y col., 2023)

Tabla 2. (continuación)

Polímeros determinados	Muestra	Preparación de la muestra	Tipo de pirolizador	Analizador utilizado	Comentarios	Referencia
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA, ABS, NBR y N66	Aire	Sonicación	Microhorno programable (EGAPY)	Q-Orbitrap	PS-d ₅ se usó como IS.	(Torres-Agullo y col., 2024)
PE, PP, PS, PVC, PC y PMMA	Sales	Digestión y filtración	Microhorno programable (EGAPY)	Q-TOF	—	(Gao y col., 2024)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA, N6 y N66	Sangre	Digestión y filtración	Microhorno programable (EGAPY)	QqQ	PS-d ₅ y 4-FIPS se usaron como ISs.	(Rauert y col., 2025)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA, ABS y NBR	Agua de consumo	Filtración	Microhorno programable (EGAPY)	Q-Orbitrap	PS-d ₅ se usó como IS.	(Zuri y col., 2025)
PE, PP, PS, PET, PVC y PC	Agua de consumo y de superficie	Filtración	Microhorno programable (EGAPY)	Q	—	(Dalmau-Soler y col., 2025)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA, ABS, NBR y N66	Aire	—	Microhorno programable (EGAPY)	Q-Orbitrap	PS-d ₅ se usó como IS.	(Torres-Agullo y col., 2025)
PE, PP, PS, PET y PMMA	Sangre placentaria	Digestión y filtración	Microhorno con control programable (TDU)	TOF	PS- ¹³ C se usó como IS.	(Bissonnette y col., 2025)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA y ABS	Meconio	Digestión y filtración	Microhorno programable	QqQ	—	(Li y col., 2025)
PE, PP y PET	Recipientes plásticos para alimentos	Se hicieron lavados de los recipientes y se filtraron	Microhorno programable (EGAPY)	Q	—	(Huang y col., 2025)
PE, PP, PS, PET, PVC, PC, PMMA y N66	Agua de consumo y agua residual	Filtración	Microhorno programable (EGAPY)	Q	—	(Bonaccorso y col., 2025)

ABS: acrilonitrilo butadieno estireno; EVA: etileno acetato de vinilo; FIPS: poliestireno fluorinado; IS: estándar interno; MP: microplástico; N6: nylon-6; N66: nylon-6,6; NBR: caucho de nitrilo-butadieno; PAN: poliacrilonitrilo; PC: policarbonato; PE: polietileno; PET: tereftalato de polietileno; PMMA: polimetilmetacrilato; PP: polipropileno; PS: poliestireno; PU: poliuretano; PVC: cloruro de polivinilo; Q: cuadrupolo; QqQ: triple cuadrupolo; SBR: copolímero estireno-butadieno; TDS: unidad de desorción térmica; TDU: unidad de desorción térmica; TMAH: tetrametilhidróxido de amonio; TOF: tiempo de vuelo.

uso de materiales de referencia, para garantizar la reproducibilidad y comparabilidad entre laboratorios.

Considerando los resultados actuales, la Py-GC-MS no solo se consolida como una técnica fundamental para la identificación y cuantificación de MPs y NPs, sino también como una técnica en continua evolución. A largo plazo, los avances hacia una instrumentación que proporcione una mayor sensibilidad, que sea automatizada y estandarizada permitirán abordar estudios de mayor alcance, analizar matrices cada vez más complejas y favorecer la monitorización rutinaria, consolidando su papel en el futuro de la determinación de estas partículas poliméricas de tamaño micro y nanométrico.

6. CONCLUSIONES

La Py-GC-MS se ha establecido como una herramienta fundamental para la caracterización de una amplia variedad de muestras de elevada complejidad. Su capacidad para generar huellas químicas reproducibles ha impulsado su aplicación en campos tan diversos como arte y arqueología, ciencia de materiales, biogeoquímica y ciencias ambientales. Además, la posibilidad de analizar macromoléculas no volátiles o degradadas a partir de cantidades muy pequeñas de muestra, refuerza su valor como técnica analítica transversal. En el estudio de los MPs y NPs, la Py-GC-MS ha demostrado ser esencial para la identificación de polímeros incluso en presencia de matrices complejas, aportando información cualitativa y cuantitativa de los plásticos presentes en el medio ambiente, en los alimentos o incluso en el interior de los seres vivos. A diferencia de las técnicas espectroscópicas, permite determinar la masa total de polímero presente, lo que resulta especialmente útil en muestras heterogéneas o con partículas de tamaño submicrométrico.

Los avances en instrumentación, particularmente en detectores de alta resolución, junto con la optimización de parámetros críticos como la selección adecuada de diluyentes, la elección de compuestos marcadores y el uso de ISS, han mejorado significativamente la precisión y la comparabilidad de los resultados. Sin embargo, persisten dificultades asociadas a la interpretación y cuantificación de mezclas poliméricas complejas y a la falta de protocolos estandarizados, aspectos que aún plantean desafíos para la comunidad científica. Asimismo, la limitada disponibilidad de materiales de referencia certificados conti-

núa siendo un obstáculo para la validación interlaboratorio y la armonización de los métodos.

En el futuro, esta técnica analítica podría beneficiarse de una mayor automatización, de una integración más estrecha con enfoques avanzados de MS y del desarrollo de metodologías armonizadas que garanticen resultados más comparables y de mayor calidad analítica. La combinación de Py-GC-MS con estrategias quimiométricas, así como la expansión de bibliotecas específicas de polímeros y aditivos, podría contribuir adicionalmente a mejorar la robustez y la capacidad de interpretación de los análisis.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo financiero del proyecto PID2023-146111OB-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por FEDER, una manera de hacer Europa.

REFERENCIAS

- Albignac, M., de Oliveira, T., Landebrit, L., Miquel, S., Auguin, B., Leroy, E., Maria, E., Mingotaud, A. F., ter Halle, A. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 172 (2023), 105993.
- Albignac, M., Ghiglione, J. F., Labrune, C., ter Halle, A. *Mar. Pollut. Bull.* 181 (2022), 113882.
- Auto-shot sampler AS-2020E*. Frontier Lab. https://www.frontier-lab.com/assets/file/products/AS-2020E_Flyer_E_V221024.pdf
- Bissonnette, J. R., Harvey, N. E., Rowsell, M. L., Kieft, S., Houthuijs, K. J., Béen, F. M., Lamoree, M. H., Cahill, L. S., Jobst, K. J. *Anal. Chim. Acta* 1376 (2025), 344606.
- Bonaccorso, G., Bonari, S., Bini, P., Savorgianaki, C., Renai, L., Fichera, M., Fibbi, D., Santianni, D., Bello, C., Papini, A. M., Del Bubba, M. *Green Anal. Chem.* 15 (2025), 100301.
- Bonnefoy-Claudet, C., Kaal, J., Thevenot, M., Panettieri, M., Lévêque, J., Mathieu, O. *Geoderma* 459 (2025), 117374.
- Boulesteix, D., Buch, A., Williams, A. J., He, Y., Freissinet, C., Trainer, M. G., Stern, J. C., Szopa, C. *Talanta* 257 (2023), 124283.
- Burnier, C., Maurer, J. *Forensic Chem.* 40 (2024), 100593.
- Cai, H., Xu, E. G., Du, F., Li, R., Liu, J., Shi, H. *Chem. Eng. J.* 410 (2021), 128208.
- Casas-Catalán, M. J., Doménech-Carbó, M. T. *Anal. Bioanal. Chem.* 382(2) (2005), 259-268.
- Causin, V., Marega, C., Schiavone, S., Guardia, V. Della, Marigo, A. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 75(1) (2006), 43-48.
- Ccancapa-Cartagena, A., Gopakumar, A. N., Salehi, M. *MethodsX* 14 (2025), 103173.

- CDS 6150. CDS Analytical. <https://www.cdsanalytical.com/pyrolysis-6150>
- Challinor, J. M. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 61(1-2) (2001), 3-34.
- Chen, H., Rhoades, C. C., Chow, A. T. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 152 (2020), 104922.
- Chiavari, G., Fabbri, D., Prati, S. *Chromatographia* 55(9-10) (2002), 611-616.
- Chouchene, K., Nacci, T., Modugno, F., Castelvetro, V., Ksibi, M. *Environ. Pollut.* 303 (2022), 119016.
- Chu, X., Takeda, N., Fujitake, N., Yanaka, S., Fuse, Y. *J. Chromatogr. A* 1757 (2025), 466142.
- Colombini, M. P., Modugno, F. *J. Sep. Sci.* 27(3) (2004), 147-160.
- Coralli, I., Goßmann, I., Fabbri, D., Scholz-Böttcher, B. M. *Anal. Bioanal. Chem.* 415(15) (2023), 2891-2905.
- Dalmáu-Soler, J., Boleda, M. R., Lacorte, S. *Environ. Pollut.* 373 (2025), 126174.
- Dhont, J. H. *Nature* 192(4804) (1961), 747-748.
- Dibke, C., Fischer, M., Scholz-Böttcher, B. M. *Environ. Sci. Technol.* 55(4) (2021), 2285-2295.
- Dierkes, G., Lauschke, T., Becher, S., Schumacher, H., Földi, C., Ternes, T. *Anal. Bioanal. Chem.* 411(26) (2019), 6959-6968.
- Doyen, P., Hermabessiere, L., Dehaut, A., Himber, C., Decodts, M., Degraeve, T., Delord, L., Gaboriaud, M., Moné, P., Sacco, J., Tavernier, E., Grard, T., Duflos, G. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 26(27) (2019), 28010-28021.
- Dzierzega-Leczna, A., Kurkiewicz, S., Stepień, K., Chodurek, E., Riederer, P., Gerlach, M. *J. Neural Transm.* 113 (2006), 729-734.
- Eco-cup G series. Frontier Lab. https://www.frontier-lab.com/assets/file/products/Glass_Eco-Cup_E.pdf
- Egan, W. J., Galipo, R. C., Kochanowski, B. K., Morgan, S. L., Bartick, E. G., Miller, M. L., Ward, D. C., Mothershead, R. F. *Anal. Bioanal. Chem.* 376(8) (2003), 1286-1297.
- El Hayany, B., El Fels, L., Dignac, M.-F., Quenea, K., Rumpel, C., Hafidi, M. *Waste Biomass Valor.* 12(5) (2021), 2639-2652.
- Fabbri, D., Vassura, I., Snape, C. E. *J. Chromatogr. A* 967 (2002), 235-242.
- Fan, W., Salmond, J. A., Dirks, K. N., Cabedo Sanz, P., Miskelly, G. M., Rindelaub, J. D. *Environ. Sci. Technol.* 56(24) (2022), 17556-17568.
- Faraji, E., Cabedo-Sanz, P., Sarmah, A. K. *MethodsX* 15 (2025), 103711.
- Fischer, M., Goßmann, I., Scholz-Böttcher, B. M. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 144 (2019), 104711.
- Fischer, M., Scholz-Böttcher, B. M. *Environ. Sci. Technol.* 51(9) (2017), 5052-5060.
- Fischer, M., Scholz-Böttcher, B. M. *Anal. Methods* 11(18) (2019), 2489-2497.
- Fries, E., Dekiff, J. H., Willmeyer, J., Nuelle, M.-T., Ebert, M., Remy, D. *Environ. Sci.: Process. Impacts* 15(10) (2013), 1949.
- Frontier Lab. *Microplastics calibration standard set*. <https://www.frontier-lab.com/products/multi-functional-pyrolysis-system/194709/>
- F-Search System. Frontier Lab. Retrieved November 30, 2025, from https://www.frontier-lab.com/assets/file/products/F-Search_ENG_v3.8_V250325.pdf
- Funck, M., Yildirim, A., Nickel, C., Schram, J., Schmidt, T. C., Tuerk, J. *MethodsX* 7 (2020), 100778.
- Fuse, Y., Okamoto, T., Hayakawa, K., Karatani, H., Yamada, E. *Limnology* 17(3) (2016), 207-221.
- Fu, Y., Huang, Y., Shi, S., Zong, S., Li, Y., Wei, S. *J. Cult. Herit.* 67 (2024), 421-429.
- Gao, H., Wang, H., Wang, Y., Lin, Y., Yan, J., Shen, H. *Environ. Pollut.* 348 (2024), 123820.
- García-Núñez, J. A., Peláez-Samaniego, M. R., García-Pérez, M. E., Fonts, I., Abrego, J., Westerhof, R. J. M., García-Pérez, M. *Energy Fuels* 31(6) (2017), 5751-5775.
- Gaur, P., Raheja, Y., Regar, R. K., Singh, A., Kumari, K., Kumari, A., Sharma, P., Gaur, V. K., Srivastava, J. K. *Water Air Soil Pollut.* 236(11) (2025), 705.
- Gerstel pyrolysis system. Gerstel. <https://www.gerstel.com/products-pyrolysis/>
- Girona-García, A., Badía-Villas, D., Jiménez-Morillo, N. T., González-Pérez, J. A. *Sci. Total Environ.* 691 (2019), 1155-1161.
- Gomiero, A., Øysæd, K. B., Agustsson, T., van Hoytema, N., van Thiel, T., Grati, F. *Chemosphere* 227 (2019), 705-714.
- Goodacre, R., Shann, B., Gilbert, R. J., Timmins, É. M., McGovern, A. C., Alsberg, B. K., Kell, D. B., Logan, N. A. *Anal. Chem.* 72(1) (2000), 119-127.
- Górecki, T., Poerschmann, J. *Anal. Chem.* 73(9) (2001), 2012-2017.
- Grafinger, K. E., Ochiai, C., Zhou, H.-X., Hettich, T., Büttler, A., Álvarez Troncoso, R., Zenker, A., Gaugler, S. *Polym. Test.* 140 (2024), 108620.
- Gregoris, E., Gallo, G., Rosso, B., Piazza, R., Corami, F., Gambaro, A. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 170 (2023), 105903.
- Hermabessiere, L., Himber, C., Boricaud, B., Kazour, M., Amara, R., Cassone, A.-L., Laurentie, M., Paul-Pont, I., Soudant, P., Dehaut, A., Duflos, G. *Anal. Bioanal. Chem.* 410(25) (2018), 6663-6676.
- Hernandez, L. M., Farner, J. M., Claveau-Mallet, D., Okshevsky, M., Jahandideh, H., Matthews, S., Roy, R., Yaylayan, V., Tufenkji, N. *ACS ES T Water* 3(4) (2023), 1029-1038.
- Huang, C.-K., Hall, A. H., Wu, M.-L., Yang, C.-C., Hung, D.-Z., Mao, Y.-C., Deng, J.-F. *BMC Pharmacol. Toxicol.* 21(1) (2020), 83.
- Huang, Z., Zhang, J., Pan, B., Fan, Y., Xu, S., Liu, H., Wang, K. *Food Chem.* 472 (2025), 142934.
- Huppertsberg, S., Knepper, T. P. *Anal. Bioanal. Chem.* 410(25) (2018), 6343-6352.
- leong, N. W. (Chloe), Dustin, M., Coulson, S. *Forensic Sci. Int.* 364 (2024), 112238.
- Ishimura, T., Iwai, I., Matsui, K., Mattonai, M., Watanabe, A., Robberson, W., Cook, A.-M., Allen, H. L., Pipkin, W., Teramae, N., Ohtani, H., Watanabe, C. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 157 (2021), 105188.
- JHI-08. Japan Analytical Industry Co., Ltd. <https://www.jai.co.jp/english/products/py/jhi08.html>

- Jiménez-González, M. A., Álvarez, A. M., Carral, P., González-Pérez, J. A., Almendros, G. *Geoderma* 374 (2020), 114443.
- Jones, C. E. R., Moyles, A. F. *Nature* 191(4789) (1961), 663-665.
- Kaal, J., González-Pérez, J. A., San Emeterio, L. M., Serrano, O. *Sci. Total Environ.* 836 (2022), 155598.
- Käppler, A., Fischer, M., Scholz-Böttcher, B. M., Oberbeckmann, S., Labrenz, M., Fischer, D., Eichhorn, K.-J., Voit, B. *Anal. Bioanal. Chem.* 410(21) (2018), 5313-5327.
- Kargioti, E., Vouvoudi, E., Nannou, C., Bikiaris, D., Lambropoulou, D. *Microchem. J.* 168 (2021), 106467.
- Kumooka, Y. *Forensic Sci. Int.* 163(1-2) (2006), 132-137.
- Kurkiewicz, S., Dzierzewicz, Z., Wilczok, T., Dworzanski, J. P. *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* 14(1) (2003), 58-62.
- Kusch, P. "Pyrolysis-Gas Chromatography/Mass Spectrometry of Polymeric Materials". En *Advanced Gas Chromatography - Progress in Agricultural, Biomedical and Industrial Applications*. (2012). InTech.
- La Nasa, J., Biale, G., Mattonai, M., Modugno, F. J. *Hazard. Mater.* 401 (2021), 123287.
- La Nasa, J., Lee, J., Degano, I., Burnstock, A., van den Berg, K. J., Ormsby, B., Bonaduce, I. *Sci. Rep.* 9(1) (2019), 3467.
- Lauschke, T., Dierkes, G., Schweyen, P., Ternes, T. A. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 159 (2021), 105310.
- Li, J., Wang, K., Lin, Z., Zhu, M., Xu, S., Cui, Z., Ouyang, Z., Wen, D., Li, Q. *J. Chromatogr. A* 1749 (2025), 465868.
- Li, Q., Bai, Q., Yu, S., Liu, R., Liu, J. *TrAC Trends Anal. Chem.* 189 (2025), 118270.
- Lian, X., Wang, S., Shan, R., Gu, J., Zhao, C., Zhao, W., Yuan, H., Chen, Y. *Energy* 313 (2024), 133986.
- Lin, C.-C., Yang, C.-C., Ger, J., Deng, J.-F., Hung, D.-Z. *Clin. Toxicol.* 48(3) (2010), 213-217.
- Lou, F., Wang, J., Sun, C., Song, J., Wang, W., Pan, Y., Huang, Q., Yan, J. *J. Environ. Chem. Eng.* 10(3) (2022), 108012.
- Lv, L., Lang, X., Sun, Y., Li, G., Wu, Y., Liu, Z., Wang, Q. *Environ. Technol. Innov.* 40 (2025), 104371.
- Lykkemark, J., Mattonai, M., Vianello, A., Gomiero, A., Modugno, F., Vollertsen, J. *Water Res.* 261 (2024), 122055.
- Ma, S., Chen, Y., Lu, X., Wang, X. *Mini-Rev. Org. Chem.* 15(5) (2018), 389-403.
- Matsueda, M., Asai, S., Watanabe, A., Pipkin, W., Teramae, N., Ohtani, H., Watanabe, C. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 175 (2023), 106170.
- Matsueda, M., Mattonai, M., Iwai, I., Watanabe, A., Teramae, N., Robberson, W., Ohtani, H., Kim, Y.-M., Watanabe, C. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 154 (2021), 104993.
- Matsui, K., Ishimura, T., Mattonai, M., Iwai, I., Watanabe, A., Teramae, N., Ohtani, H., Watanabe, C. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 149 (2020), 104834.
- Maurizi, L., Iordachescu, L., Kirstein, I. V., Nielsen, A. H., Vollertsen, J. *Heliyon* 9(9) (2023), e20119.
- McKnight Halket, J., Schulten, H.-R. *Zeitschrift Fr Lebensmittel-Untersuchung Und -Forschung* 186(3) (1988), 201-212.
- Merritt, C., Robertson, D. H. *J. Chromatogr. Sci.* 5(2) (1967), 96-98.
- Miller, J. V., Chan, K., Unice, K. M. *Environ. Adv.* 8 (2022), 100213.
- Müller, Y. K., Wernicke, T., Pittroff, M., Witzig, C. S., Storck, F. R., Klinger, J., Zumbülte, N. *Anal. Bioanal. Chem.* 412(3) (2020), 555-560.
- Multi-shot pyrolyzer EGA/PY-3030D. Frontier Lab. <https://www.frontier-lab.com/products/multi-functional-pyrolysis-system/17811/>
- Mussabekova, S. A., Frascione, N., Assylbayeva, L. B. *Sci. Justice* 65(6) (2025), 101341.
- Nakano, R., Gürses, R. K., Tanaka, Y., Ishida, Y., Kimoto, T., Kitagawa, S., Iiguni, Y., Ohtani, H. *Sci. Total Environ.* 817 (2022), 152981.
- Nimi, C., Rani, N., Singh, R. *Forensic Sci. Int.* 357 (2024), 111988.
- Okoffo, E. D., Ribeiro, F., O'Brien, J. W., O'Brien, S., Tschacke, B. J., Gallen, M., Samanipour, S., Mueller, J. F., Thomas, K. V. *Sci. Total Environ.* 715 (2020), 136924.
- Oro, J., Han, J., Zlatkis, A. *Anal. Chem.* 39(1) (1967), 27-32.
- Ortiz-Herrero, L., Blanco, M. E., García-Ruiz, C., Bartolomé, L. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 131 (2018), 9-16.
- Osete-Cortina, L., Doménech-Carbó, M. T. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 76 (2006), 144-153.
- Othman, A. M., Elsayed, A. A., Sabry, Y. M., Khalil, D., Bourouina, T. *ACS Omega* 8(11) (2023), 10335-10341.
- Parsi, Z., Hartog, N., Górecki, T., Poerschmann, J. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 79 (2007), 9-15.
- Patwardhan, P. R., Dalluge, D. L., Shanks, B. H., Brown, R. C. *Bioresour. Technol.* 102(8) (2011), 5265-5269.
- Picó, Y., Barceló, D. *ACS Omega* 4(4) (2019), 6709-6719.
- Picó, Y., Barceló, D. *TrAC Trends Anal. Chem.* 130 (2020), 115964.
- Prata, J. C., da Costa, J. P., Duarte, A. C., Rocha-Santos, T. *TrAC Trends Anal. Chem.* 110 (2019), 150-159.
- Prieto, A. I., Guzmán-Guillén, R., Jos, Á., Cameán, A. M., de la Rosa, J. M., González-Pérez, J. A. *Chemosphere* 244 (2020), 125469.
- Primpke, S., Fischer, M., Lorenz, C., Gerdt, G., Scholz-Böttcher, B. M. *Anal. Bioanal. Chem.* 412(30) (2020), 8283-8298.
- Py GC-MS analysis of organic binders in Cultural Heritage. (2022). NPI Conference. <https://hpst.cz/sites/default/files/download/2022-12/py-gc-ms-analysis-of-organic-binders-in-cultural-nov22-for-publication.pdf>
- Qiao, Y., Wang, B., Zong, P., Tian, Y., Xu, F., Li, D., Li, F., Tian, Y. *Energy Convers. Manag.* 199 (2019), 111964.
- Qin, Y., Wang, Z., Yang, F., Wang, D., Liu, W., Hanik, D., Liu, J., Zhou, J., Liu, D. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 193 (2026), 107459.
- Qiu, Q., Zhang, Y. *Trends Ren. Energy* 7(1) (2021), 53-72.
- Raghavan, S. K., Ho, C.-T., Daun, H. *J. Chromatogr. A* 351 (1986), 195-202.
- Raicu, T., Jembrih-Simbürger, D., Sterflinger, K., Pintus, V. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 192 (2025), 107304.
- Ratcliff, M. A., Medley, E. E., Simmonds, P. G. *J. Org. Chem.* 39(11) (1974) 1481-1490.
- Rauert, C., Charlton, N., Bagley, A., Dunlop, S. A., Symeonides, C., Thomas, K. V. *Environ. Sci. Technol.* 59(4) (2025), 1984-1994.

- Ribeiro, F., Okoffo, E. D., O'Brien, J. W., Fraissinet-Tachet, S., O'Brien, S., Gallen, M., Samanipour, S., Kaserzon, S., Mueller, J. F., Galloway, T., Thomas, K. V. *Environ. Sci. Technol.* 54(15) (2020), 9408-9417.
- Rocha-Santos, T. A. P. "Characterization and analysis of microplastics". En *Comprehensive Analytical Chemistry*. Elsevier. (2017).
- Rochman, C. M., Regan, F., Thompson, R. C. *Anal. Methods* 9(9) (2017), 1324-1325.
- Rueda, M., Comino, F., Aranda, V., Domínguez-Vidal, A., Ayora-Cañada, M. J. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 168 (2022) 105711.
- Sam, K. D., Wampler, T. P. (Eds.). *Analytical Pyrolysis Handbook*. CRC Press. (2021).
- Sanderman, J., Grandy, A. S. *SOIL* 6(1) (2020), 131-144.
- Santos, L. H. M. L. M., Insa, S., Arxé, M., Buttiglieri, G., Rodríguez-Mozaz, S., Barceló, D. *MethodsX* 10 (2023), 102143.
- Schmidt, H., Tadjimukhamedov, F. K., Douglas, K. M., Prasad, S., Smith, G. B., Eiceman, G. A. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 76(1-2) (2006), 161-168.
- Seeley, M. E., Lynch, J. M. *Anal. Bioanal. Chem.* 415(15) (2023), 2873-2890.
- Sefiloglu, F. Ö., Brits, M., van Velzen, M. J. M., Pieke, E. N., Kramer, O. J. I., Lamoree, M. H. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 32(45) (2025), 25603-25617.
- Selection of the sample cups.* (2022). Frontier Lab. https://www.frontier-lab.com/assets/file/products/CUP_SELECT_E.pdf
- Shadkami, F., Helleur, R. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 89(1) (2010), 2-16.
- Silva, M. F., Doménech-Carbó, M. T., Osete-Cortina, L. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 113 (2015), 606-620.
- Šimković, I., Dlapa, P., Schwarzhinger, C. *Org. Geochem.* 179 (2023), 104586.
- Sobeih, K. L., Baron, M., Gonzalez-Rodriguez, J. *J. Chromatogr. A* 1186 (2008), 51-66.
- Steinmetz, Z., Kintzi, A., Muñoz, K., Schaumann, G. E. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 147 (2020), 104803.
- Sullivan, G. L., Gallardo, J. D., Jones, E. W., Holliman, P. J., Watson, T. M., Sarp, S. *Chemosphere* 249 (2020), 126179.
- Tamburini, D., Łucejko, J.J., Pizzo, B., Mohammed, M.Y., Sloggett, R., Colombini, M.P. *Polym. Degrad. Stab.* 146 (2017), 140-154.
- Technical note PYA1-143E. Frontier Lab, <https://www.frontier-lab.com/assets/file/technical-note/PYA1-143E.pdf>
- Technical note PYA1-144E. Frontier Lab, <https://www.frontier-lab.com/assets/file/technical-note/PYA1-144E.pdf>
- Technical note PYA1-145E. Frontier Lab, <https://www.frontier-lab.com/assets/file/technical-note/PYA1-145E.pdf>
- Technical note PYT-015E. Frontier Lab, <https://www.frontier-lab.com/assets/file/technical-note/PYT-015E.pdf>
- Ter Halle, A., Jeanneau, L., Martignac, M., Jardé, E., Pedroño, B., Brach, L., Gigault, J. *Environ. Sci. Technol.* 51(23) (2017), 13689-13697.
- Tian, J., Liang, L., Li, Q., Li, N., Zhu, X., Zhang, L. *J. Hazard. Mater.* 482 (2025), 136637.
- Torres-Agullo, A., Karanasiou, A., Charres, I., Alves, C., Lacorte, S. *Environ. Int.* 203 (2025), 109753.
- Torres-Agullo, A., Zuri, G., Lacorte, S. *J. Hazard. Mater.* 469 (2024), 133981.
- Torri, C., Fabbri, D. *Microchem. J.* 93(2) (2009), 133-139.
- Tsuge, S., Ohtani, H., Watanabe, C. *Pyrolysis-GC/MS data book of synthetic polymers. Pyrograms, thermograms and MS of pyrolyzates*. Elsevier. (2011).
- Unice, K. M., Kreider, M. L., Panko, J. M. *Int. J. Environ. Res. Public Health* 9 (2012), 4033-4055.
- Urakami, K., Higashi, A., Umemoto, K., Godo, M., Watanabe, C., Hashimoto, K. *Chem. Pharm. Bull.* 49(2) (2001), 203-205.
- Vidović, N., Antić, V., Schwarzbauer, J. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 172 (2023), 106001.
- Vilakati, B., Sivasankar, V., Mamba, B. B., Omine, K., Msa-gati, T. A. M. *Environ. Pollut.* 265 (2020), 114859.
- Watteau, F., Dignac, M.-F., Bouchard, A., Revallier, A., Houot, S. *Front. Sustain. Food Syst.* 2 (2018).
- Wu, Y., Wang, B. *J. Energy Inst.* 120 (2025), 102080.
- Yue, Z., Liu, X., Mei, T., Zhang, Y., Pi, F., Dai, H., Zhou, Y., Wang, J. *Food Chem.* 445 (2024), 138740.
- Zhang, X., Zhang, T., Feng, W., Bai, X., Bai, J., Kong, L., Bai, Z., Li, J., Zhong, M., Dai, Z., Li, W. *J. Energy Inst.* 122 (2025), 102240.
- Zhou, X., Hao, L., Wang, H., Li, Y., Liu, J. *Anal. Chem.* 91(3) (2019), 1785-1790.
- Zięba-Palus, J., Zadora, G., Milczarek, J. M., Kościelniak, P. *J. Chromatogr. A* 1179(1) (2008), 41-46.
- Zodrow, E. L., Mastalerz, M. *Int. J. Coal Geol.* 51(2) (2002), 111-127.
- Zuri, G., Bedia, C., Spitieri, C. S., Vassilatou, V., Karanasiou, A., Lacorte, S. *Food Control* 178 (2025), 111489.

EUROANALYSIS 2025 Y XXIV SCIENTIFIC MEETING OF SECyTA (53.ª REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GCTA)

Durante los días 31 de agosto - 4 de septiembre de 2025 se celebró en el Centro de Convenciones Internacional de Barcelona (CCIB) el congreso Euroanalysis 2025, que acogió la XXIV Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA). Euroanalysis es el congreso de la División de Química Analítica de la Sociedad Europea de Química (EuChemS), cuya organización fue delegada a la Societat Catalana de Química.

El comité organizador estuvo formado por Anna de Juan, Sonia Sentelles, Anna Rigol y Elisabet Fuguet (Universitat de Barcelona), Rosa Maria Marcé (Universitat Rovira i Virgili), Nela Hidalgo (Universitat de Girona), Manel Alcalá (Universitat Autònoma de Barcelona), Sílvia Lacorte (Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua, IDAEA-CSIC) y Cristian Gómez (Institut Químic de Sarrià). El comité científico contó con la participación de destacados investigadores nacionales e internacionales, entre ellos Jordi Díaz, Ana María García Campaña y Núria Fontanals, miembros de la Junta de SECyTA.

El congreso se inauguró con una conferencia de Miquel Esteban (UB), quien ofreció una retrospectiva de los últimos 50 años de la química analítica en España. A continuación, tuvo lugar la conferencia de la galardonada con la Robert Kellner *Lecture*, Elia Psillakis, centrada en la sostenibilidad en la preparación de muestras y en la química analítica en general. Antes de la recepción de bienvenida, los asistentes disfrutaron de un excelente concierto ofrecido por el Duo Dafne.

Además de estas conferencias, el programa incluyó tres conferencias plenarias, impartidas al inicio de cada jornada:

- Lunes: Frederic Lynen (Universidad de Gante) impartió una conferencia sobre el uso del agua como fase móvil sostenible en cromatografía líquida a alta temperatura, destacando sus beneficios en cromatografía líquida multidimensional.
- Martes: Laura Lechuga (Instituto de Ciencia de Materiales de Barcelona-CSIC) presentó una interesante ponencia sobre sensores nanofotónicos aplicados a la química analítica.
- Miércoles: Marek Tobiszewski ofreció una revisión sobre métricas y evaluación de la "greenness" de los métodos analíticos.

En el acto de clausura, la conferencia fue impartida por el ganador del premio de la División de Química Analítica de EuChemS, Gauglitz Günter, quien abordó el papel de los sensores como herramientas de biointeligencia.

El congreso contó con 18 conferencias *Keynote*, impartidas por reconocidos químicos analíticos de prestigio internacional. Estas ponencias trataron una amplia variedad de temas dentro de la química analítica, así como sus diferentes campos de aplicación, con una presencia destacada de contenidos relacionados con las técnicas de separación.

Además de las conferencias invitadas, se presentaron 160 comunicaciones orales y 97 comunicaciones orales de jóvenes investigadores, distribuidas en cuatro sesiones paralelas, junto con 430 pósteres repartidos en tres sesiones.

Previo a la inauguración oficial del congreso, el domingo se celebraron en el edificio histórico de la Universitat de Barcelona siete cursos especializados en temas relacionados con la química analítica. Estos cursos fueron impartidos por científicos de reconocido prestigio internacional y contaron con una notable participación, especialmente de estudiantes inscritos en el congreso.

El congreso contó con una destacada presencia de las técnicas de separación en las distintas comunicaciones y con una asistencia destacada de socios de nuestra sociedad, los cuales también asistieron a la Asamblea General de SECyTA que tuvo lugar el martes por la tarde.

Uno de los elementos destacados del evento fue la exposición comercial, que reunió a las empresas más relevantes en el ámbito de la instrumentación analítica. Esta exposición facilitó una interacción fluida y enriquecedora entre los participantes y los representantes de las empresas.

El miércoles se celebró la Cena del Congreso en el Xalet de Montjuïc, un espacio que ofreció magníficas vistas de Barcelona, además de un ambiente distendido y agradable entre los asistentes.

Como es habitual, durante la ceremonia de clausura se realizó la entrega de premios. En primer lugar,

el presidente de SECyTA otorgó la 4.ª edición del Premio a la Mejor Tesis Doctoral SECyTA, correspondiente a tesis defendidas durante el año 2024. El premio fue concedido a Sandra Salido Fortuna, y se otorgó un accésit a la tesis de Cecilia Ortega Zamora.

A continuación, se entregaron diversos galardones, entre ellos los premios “José Antonio García Domínguez”, en su XX edición, a las dos mejores comunicaciones orales y en formato póster de jóvenes investigadores, patrocinados por la empresa Bruker. También se concedieron premios patrocinados por el Grupo de Ciencia y Tecnologías (Bio)Analíticas de la

Real Sociedad Española de Química, el SamplePrep Task Group de EuChemS, Springer, Chemistry Europe y American Chemical Society Publications. En total, se otorgaron 8 premios a comunicaciones orales de jóvenes investigadores y 11 premios a pósteres.

La calidad científica de las ponencias y comunicaciones, así como la excelencia de la sede y la exposición comercial, fueron altamente valoradas por los asistentes, que alcanzaron un número final de 684 inscritos.

ROSA MARIA MARCÉ
Universitat Rovira i Virgili

XX EDICIÓN DE LOS PREMIOS JOSÉ ANTONIO GARCÍA DOMÍNGUEZ

Durante la ceremonia de clausura del congreso internacional Euroanalysis 2025, que enmarcó la XXIV Reunión Científica de la SECyTA, celebrado en Barcelona del 31 de agosto al 4 de septiembre de 2025, se hizo entrega de los Premios José Antonio García Domínguez en su vigésima edición.

Como en ocasiones anteriores, estos premios, patrocinados por Bruker, reconocen las dos mejores comunicaciones orales y los dos mejores pósteres presentados por jóvenes investigadores miembros de la Sociedad.

Tras la deliberación del jurado, a quien expresamos nuestro agradecimiento por su colaboración, se acordó otorgar los premios que se detallan a continuación:

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

EFFICIENT MULTI-CLASS DETERMINATION OF MYCOTOXINS AND PESTICIDE RESIDUES IN FISH FEED AND BEEKEEPING PRODUCTS USING UAE-QuEChERS-BASED EXTRACTION AND LC-MS

María Álvarez-Romero¹, Jesús Marín-Sáez², Ana María García-Campaña¹, Maykel Hernández-Mesa¹, Laura Gámiz-Gracia¹

¹ University of Granada, Granada, Spain; ² University of Almería, Almería, Spain.

Mycotoxins and pesticides in food and animal feed pose health risks. Aquafeeds increasingly use plant-

based ingredients, raising contamination concerns. Maximum levels for certain mycotoxins are regulated under Recommendation (EU) 576/2006 [1], and pesticide residues by Regulation (EC) 396/2005 [2] in fish feed. Bee pollen and honey offer nutritional benefits but are prone to contamination. Regulation (EC) 396/2005 [2] sets maximum residue limits of pesticides in honey, but no mycotoxin limits exist. Moreover, no legislation regulates those contaminants in bee pollen. Implementing rigorous quality control and promoting sustainable beekeeping practices are essential to ensure product safety and quality.

This work proposes a multi-analyte method for the determination of 28 compounds, including 10 pesticides and 20 mycotoxins, in fish feed, bee pollen, and honey. Sample treatment was optimized for each matrix using ultrasound assisted extraction (UAE) combined with a QuEChERS approach using acetonitrile as the extractant. For fish feed, a dispersive solid-phase extraction (dSPE) cleanup using PSA and C18 sorbents was necessary. For beekeeping products, extraction included n-hexane and an additional re-extraction step for bee pollen; dSPE cleanup was not required in these matrices.

Liquid chromatography (LC) separation was performed using a Hypersil GOLD aQ column (100 × 2.1 mm, 1.9 µm). Detection was performed using Q-Exactive Orbitrap-MS for fish feed and triple quadrupole (QqQ)-MS for beekeeping products. Methods validations were carried out according to the SANTE/11312/2021 guideline [3], with determination coefficients above

0.99 for matrix-matched calibration curves of all compounds in fish feed.

Procedural calibration curves were evaluated for honey and pollen using weighted least squares (WLS) regression to correct heteroscedasticity, achieving good linearity. Limits of quantification (LOQs) ranged as follows: for fish feed, from 0.06 µg/kg (Pirimiphos-methyl) to 100 µg/kg (Ochratoxin α); for honey, from 0.11 µg/kg (ENNA1) to 31.3 µg/kg (3-AcDON); and for bee pollen, from 1.30 µg/kg (ENNA) to 289 µg/kg (DON). Trueness was between 70 and 120 % for most analytes, and satisfactory precision (RSDs < 20 %) was achieved in all cases.

The validated method was applied to 36 fish feed samples. Among pesticide residues, pirimiphos-methyl was the most frequently detected (75 %). Among mycotoxins, enniatin B and B1 were the most prevalent (81 %). Non-targeted analysis also revealed the presence of piperonyl butoxide in 81 % of samples. Ochratoxin α was detected at the highest concentration (202 µg/kg). A total of 28 honey and six pollen samples were analyzed. In honey, acetamiprid and azoxystrobin were detected in 29 % and 32 % of samples, with maximum concentrations of 16.2 µg/kg and 1.57 µg/kg, respectively. No pesticide residues or mycotoxins were found in bee pollen. Importantly, none of the detected contaminant concentrations exceeded the maximum limits established by EU regulations.

Acknowledgements

MAR gratefully acknowledges the contract from the project PROYEXCEL_00195, funded by Consejería de Universidad, Investigación e Innovación, Junta de Andalucía. JMS thanks the University of Almería for his "Convocatoria de Recualificación del Sistema Universitario Español-Margarita Salas" postdoc grant under the "Plan de Recuperación Transformación" program funded by the Spanish Ministry of Universities with European Union's NextGenerationEU funds. MHM gratefully acknowledges the grant RYC2023-044255-I funded by MCIU/AEI/10.13039/501100011033 and FSE+. This work was supported by Andalusian Government (Project ref. PROYEXCEL_00195) and Project PID2021-127804OB-I00 funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033 'A way to make Europe'.

References:

- [1] European Commission (2006). Commission recommendation (EC) No 2006/576/EC of 17 August 2006 on the

presence of deoxynivalenol, zearalenone, ochratoxin A, T-2 and HT-2 and fumonisins in products intended for animal feeding.

- [2] European Council (2005). Regulation (EC) No 396/2005 of the European Parliament and of the Council (396/2005).
- [3] SANTE/11312/2021 (2021). Analytical quality control and method validation procedures for pesticide analysis in food and feed SANTE 11312/2021.

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

MICROWAVE-ASSISTED EXTRACTION OF PROTEINS FROM CITRUS PEELS. A COMPARATIVE STUDY OF DIFFERENT PROTEASES TO OBTAIN BIOACTIVE HYDROLYSATES

Rosa María Palma-Manrique, María Concepción García, María Castro-Puyana, María Luisa Marina

Universidad de Alcalá. Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química. Alcalá de Henares (Madrid), Spain

The agri-food industry is responsible for the generation of a substantial amount of waste during production processes. That waste may contain high-value bioactive compounds that, if properly utilized, can significantly contribute to circular economy and to the sustainability of the food chain. The use of food residues as sustainable sources of value-added products is a growing area of interest, in response to the global demand for environmentally friendly practices in the food industry. Residues from fruits and vegetables, such as citrus peels, are often discarded despite their potential to provide bioactive compounds (proteins, antioxidants, and other functional compounds). The valorization of these residues through green techniques, such as microwave-assisted extraction (MAE), enables to obtain compounds with applications in various fields, including food, pharmaceutical, and cosmetic industries. In the case of protein extraction, MAE offers advantages in terms of efficiency and reduced environmental impact when compared with the conventional techniques usually employed for this purpose [1].

The aim of this work was to develop an analytical methodology based on MAE for the sustainable extraction of proteins from citrus peels (lemon and mandarin) and to evaluate different protease enzymes to obtain bioactive peptides from protein extracts. A Box-Behnken experimental design was employed to determine the most favorable conditions (percentage

of ethanol, temperature, and time) for the extraction of proteins. The optimal conditions were established by maximising the protein content and minimising the formation of Maillard compounds. The protein extracts obtained were then characterized and hydrolysed to obtain bioactive peptides. The experimental conditions used for different protease enzymes were optimized and their potential to obtain bioactive peptides was compared. The peptide content and degree of hydrolysis were determined in the hydrolysates, and different bioactivities (antioxidant, antihypertensive, and antimicrobial) were evaluated. Finally, most active hydrolysates were analysed by UHPLC-MS/MS for peptide identification.

Acknowledgements

Authors thank financial support from the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities, and the European Union "NextGenerationEU"/PRTR (project TED2021-131011B-I00, MCIN/AEI/10.13039/501100011033) and the Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha and European funding from FEDER program (project SBPLY/21/180501/000217).

References

- [1] C. H. Chan, R. Yusoff, et al. *J. Chromatogr. A* **2011**, 1218, 6213-6225.

1.º premio al mejor póster (400 €)

ADVANCING IN ANTIBIOTIC ANALYSIS: A NOVEL μ SPEed MICROEXTRACTION COMBINED WITH UHPLC-PDA FOR MULTI-RESIDUE ANALYSIS IN ENVIRONMENTAL SAMPLE

Laura García-Cansino¹, Joanna Antos², María Ángeles García¹, Dobrochna Ginter-Kramarczyk², María Luisa Marina¹, Joanna Zembrzuska³, José S. Câmara⁴, Jorge A. M. Pereira⁴

¹ Universidad de Alcalá, Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química, Alcalá de Henares (Madrid), Spain; ² Department of Water Supply and Bioeconomy, Faculty of Environmental Engineering and Energy, Poznan University of Technology, Poznan, Poland; ³ Faculty of Chemical Technology, Institute of Chemistry and Technical Electrochemistry, Poznan, Poland; ⁴ CQM – Centro de Química da Madeira, Universidade da Madeira, Funchal, Portugal.

The overuse of antibiotics in animal farming, driven by the increasing demand for animal-based products,

has raised concerns regarding the presence of antibiotic residues in food and the environment [1]. Residues of commonly used antibiotics in the environment, such as sulfonamides, tetracyclines, and penicillins, can contribute to antibiotic resistance, disturb gut bacteria, and cause allergic reactions or toxicity [2, 3]. To address these issues, it is crucial to apply stricter regulations and use analytical methodologies that allow the detection of low concentrations that may exist in the environment. Although traditional extraction techniques such as Solid-Liquid Extraction (SLE), Solid-Phase Extraction (SPE), and Liquid-Liquid Extraction (LLE) have been used to extract and pre-concentrate veterinary antibiotic residues prior to their analysis, there is a growing need for more sustainable and efficient extraction methods based on the miniaturization of these techniques, following green chemical principles [4].

In this work, an analytical methodology was developed based on a semi-automated micro-solid phase extraction (μ SPEed) combined with UHPLC-PDA analysis for the determination of six antibiotics — tetracycline, chlortetracycline, oxytetracycline, doxycycline, sulfamethoxazole, and trimethoprim — in wastewater samples. The extraction process was optimized by assessing different sorbent materials (butyl silica (C4), octyl silica (C8), octadecyl silica (C18-RPS), octadecyl silica hydrophilic ODS (C18-ODS), unmodified silica (Sil), aminopropyl silane sorbent (WAX), polyfluoroalkyl substances (PFAS), porous PS/DVB normal phase (PS/DVB), porous PS/DVB reversed phase (PS/DVB-RP), PS/DVB anionic exchange (PS/DVB-SAX), PS/DVB cationic exchange (PS/DVB-SCX), and porous graphitic carbon (μ CARB)), sample volumes (500 and 800 μ L), sample loading cycles (3-5), pH conditions (2.5, 4.0, 7.0, and 8.5), and elution solvents (methanol, acetonitrile, and acidic methanol (with 5 % and 1 % formic acid)) to achieve maximum efficiency. The best performance was obtained using a PS/DVB-RP sorbent with three 250 μ L loading cycles and two consecutive elutions with 50 μ L of acidified methanol (0.1 % formic acid). The developed methodology enabled a rapid analysis with a total chromatographic run time of just six min. The validation results confirmed a good linearity, precision, and satisfactory recovery. Detection limits ranged from 0.30 to 1.23 μ g L⁻¹ and quantification limits from 0.92 to 3.73 μ g L⁻¹. The developed μ SPEed/UHPLC-DAD methodology proved to be effective for the analysis of wastewater samples, offering a reliable alternative for controlling antibiotics in environmental samples.

Acknowledgements

Authors thank financial support from the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities (MICIU/ AEI/10.13039/501100011033) and FEDER, UE (grant number PID2022-140512NB-I00). L.G.C. thanks the University of Alcalá for her predoctoral FPI contract.

References:

- [1] M. J. Adegbeye, B. O. Adetuyi, et al. *Food Control* **2024**, 163, 110545.
- [2] M. M. J. Arsene, A. K. L. Davares, et al. *Vet. World* **2022**, 15, 662-671.
- [3] M. Bacanlı, N. Basaran, *Food Chem. Toxicol.* **2019**, 125, 462-466.
- [4] C. V. Berenguer, L. García-Cansino, et al. *Appl. Sci.-Basel* **2023**, 13, 117.

2.º premio al mejor póster (300 €)

VOLATILOMICS FOR THE AUTHENTICATION OF POMEGRANATE JUICE USING GAS CHROMATOGRAPHY COUPLED TO ION MOBILITY SPECTROMETRY

Blas Rocamora-Rivera, Natalia Arroyo-Manzanares, Pilar Viñas

Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, Regional Campus of International Excellence "Campus Mare Nostrum", University of Murcia, Murcia, Spain

Pomegranate (*Punica granatum* L.) is considered a luxury fruit, whose juice has well-known healthy benefits, particularly a high antioxidant activity. Its constantly increasing demand always surpasses the production, resulting in an elevated price. This context makes this juice vulnerable to adulteration. This practice can consist of diluting with cheaper juices like apple and grape juice what allows to increase the profits. Other reported strategy is to add dark juices like black grape or blueberry juices to mask poor-quality juices and to imitate the colour of pomegranate juice [1-3]. In order to detect the adulteration and ensure the authenticity of this product, food industry measures many physicochemical parameters with several instruments, which is expensive and time-consuming. Therefore, an analytical method to control the quality with a single measurement is highly desired. Besides, almost all the reported methodologies are based on the determination of polyphenols, anthocyanins or sugars present in the pomegranate juice and, in this context, the volatile organic compounds

(VOCs) profile of this food remains underused. With the aim of studying the applicability of these analytes for the quality control of pomegranate juice, a methodology based on the analysis of VOCs profile obtained by headspace gas chromatography coupled to ion mobility spectrometry (HS-GC-IMS) was developed and validated.

Spectra of 176 genuine pomegranate juices and 120 different mixtures of these pure juices with adulterants were analyzed in a non-targeted way. The mixtures were prepared with seven apple juices and three black grape juices (levels from 1 to 40 %) and two blueberry juices (levels from 0.1 and 10 %). All collected data were used for the construction of chemometric models resulting in the next strategy. Firstly, a model based on orthogonal partial least squares discriminant analysis (OPLS-DA) was built to classify the sample into pure or adulterated pomegranate juice with 100 % validation success rate. If the sample is considered adulterated, knowing the illegally added juice could be of interest. For this reason, another OPLS-DA model was developed to distinguish between the three adulterants studied with 87.5 % validation success rate. The incorrectly classified juices correspond to low levels of adulterants (0.1 and 0.5 %). Finally, three partial least squares (PLS) regressions were constructed to quantify the percentage of adulterant in the juice. This strategy was successfully applied to seven commercial juices. The classification of these samples corresponds with the declared ingredients in the labels in six out of the seven cases.

In this work, the potential of VOCs for the authentication of pomegranate juice was demonstrated with a chemometric model able to detect until 1 % of adulteration with apple and black grape juice and until 0.1 % with blueberry juice. In addition, the proposed methodology can distinguish between these three adulterants and quantify their levels in the samples. All this information on a sample can be obtained with a single HS-GC-IMS measurement. This technique has many advantages, such as low operation cost, high sensitivity and it is more eco-friendly than GC-Mass Spectrometry because the IMS spectrometer works at atmospheric pressure [4]. The excellent results obtained together with the minimal sample treatment, the environmental sustainability provided by IMS and the short analysis time (16 min) make the proposed methodology a powerful tool for use in the quality control of pomegranate juice.

Acknowledgements

The authors acknowledge financial support received from the Spanish Ministry of Science and Innovation (Projects PID2021-123201NB-I00 financed by MCIN / AEI / 10.13039 / 501100011033 / FEDER, UE). Blas Rocamora-Rivera acknowledges a FPU fellowship from the Spanish Ministry of Science and Innovation.

References

- [1] Ö. Taştan, T. Baysal. Adulteration Analysis of Some Foods and Drugs, Bentham Science Publishers, **2018**, pp. 91-100.
- [2] M. E. Dasenaki, S. K. Drakopoulou, R. Aalizadeh, N. S. Thomaidis, *Foods* **2019**, 8, 212.
- [3] N. Nuncio-Jáuregui, Á. Calín-Sánchez, et al., *J. Sci. Food Agric.* **2014**, 94, 646-655.
- [4] H. Parastar, P. Weller, *Trends Anal. Chem.* **2024**, 170, 117438.

ACTA DE LA 25.ª ASAMBLEA GENERAL DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRFÍA Y TÉCNICAS AFINES (SECyTA)

La 25.ª Asamblea General de la SECyTA, que contó con la asistencia de 45 socios, se celebró el día 2 de septiembre de 2025, a las 16:30 h, en el Centro de Convenciones de Barcelona (Plaça De Willy Brandt, 11, Barcelona) con el siguiente orden del día:

1. Lectura y aprobación, si procede, del acta de la reunión anterior.
2. Informe de Presidencia.
3. Informe de Secretaría.
4. Informe de Tesorería.
5. Ruegos y preguntas.

Desarrollo de la sesión y acuerdos adoptados

En primer lugar, el presidente da la bienvenida a todos los asistentes a la 25.ª Asamblea General de la SECyTA y recuerda que en breve se cumplirá el 25.º aniversario de la constitución de la sociedad. Sin más demora, el presidente da comienzo a la asamblea siguiendo el orden del día.

1. Lectura y aprobación del acta de la reunión anterior

El presidente indica a los asistentes que el borrador del acta de la 24.ª Asamblea General de la SECyTA celebrada el año pasado en Pamplona se envió adjunta al correo electrónico de convocatoria de la presente asamblea, con lo que se puso a disposición de todos los socios para que pudiera ser consultada. En este momento el presidente pregunta si alguno de los asistentes quiere hacer alguna modificación o si algún socio quiere que se lea el acta en su totalidad. Al no haber ninguna intervención por parte de los so-

cios presentes, se procede a aprobar el acta de la 24.ª Asamblea General de la SECyTA.

2. Informe de Presidencia

En el informe del presidente, se trata los siguientes puntos:

2.1. Congreso Euroanalysis 2025/24.ª Reunión Científica de SECyTA

El presidente inicia su informe expresando su agradecimiento por la excelente organización del Euroanalysis 2025/24.ª Reunión Científica de SECyTA, destacando tanto el éxito organizativo como la alta calidad científica del evento. Asimismo, manifiesta un reconocimiento especial a varios miembros del Comité Organizador que son socios de SECyTA, entre ellos Rosa M. Marcé, Sílvia Lacorte y Cristian Gómez.

El presidente resalta la elevada participación general, con más de 700 asistentes, y detalla la estructura científica del congreso, compuesta por 6 conferencias plenarias, 21 *Keynote Lectures* (repartidas en 4 sesiones paralelas), 159 comunicaciones orales, 88 comunicaciones orales jóvenes y 430 pósteres. Señala además que algunas de las conferencias plenarias, como la impartida por Frederik Lynen, fueron propuestas por SECyTA, y que varios de los ponentes pertenecen a la Sociedad o abordan temáticas afines.

Reitera su agradecimiento a la organización y a los patrocinadores por hacer posible una reunión de dimensiones significativamente mayores a las habituales de SECyTA. En cuanto a la participación de socios de SECyTA, se estima que ha sido de entre 60 y 70 miem-

bros, cifra inferior a la registrada en ediciones anteriores. Este descenso podría deberse a las fechas de celebración o al precio más elevado del congreso. En cualquier caso, el presidente señala que se ha observado una tendencia progresiva a la disminución del número de inscritos en las últimas reuniones.

Por último, el presidente agradece a la empresa Bruker por haber vuelto a patrocinar los Premios José Antonio García Domínguez (XX edición) e informa que se han constituido los jurados para la evaluación de las comunicaciones, integrados por miembros de la Junta y de la Sociedad. En esta edición se han presentado 15 pósteres y 19 comunicaciones orales, y la concesión de los premios se realizará durante la ceremonia de clausura.

2.2. *XXIII Reunión Científica de SECyTA en Pamplona*

Sobre la 23.^a Reunión Científica de SECyTA que se celebró en Pamplona en octubre de 2024, y de la que se informa se ha realizado el cierre económico, el tesorero presentará los detalles correspondientes. Asimismo, se agradece expresamente la labor de Elena González Peñas y Elena Lizarraga, de la Universidad de Navarra, así como la de todo su equipo, por la excelente organización del evento. Se destaca que, tanto la parte científica, como la parte social de la reunión alcanzaron un nivel muy alto.

2.3. *Próximos congresos*

Reunión 2026. El presidente informa sobre los avances en la organización de un congreso en la Hospedería/Palacio Fonseca, del 21 al 24 de julio de 2026 en conjunto entre las sociedades de Química Analítica en España (SEQA, SECyTA, SEEM, SESMet y SEA). El evento se celebrará en Salamanca, el Comité Organizador Local estará encabezado por José Luis Pérez Pavón, y la Secretaría Técnica será gestionada por la Fundación Universidad de Salamanca. El programa incluirá una jornada inicial con cursos e inauguración, dos días completos de sesiones científicas y una media jornada final. Se busca una participación equilibrada de socios senior y junior, con sesiones integradas entre las distintas sociedades. Desde SECyTA se ha propuesto que el nombre del congreso esté relacionado con "Análisis instrumental", inspirado en el de las Jornadas de Análisis Instrumental (JAI).

Reunión 2027. En estos momentos no hay propuesta de sede, y el presidente abre la reflexión sobre

la conveniencia de continuar con la dinámica de la organización de los congresos anuales o pasar a bienales en el futuro, dado que el número de asistentes ha ido disminuyendo, ante la cantidad de congresos que se organizan, los recursos limitados, etc.

Reunión 2028. Se celebrará la reunión dentro del congreso internacional ISC (International Symposium on Chromatography) con sede en Granada y previsto para finales de septiembre de 2028. El Comité Organizador Local estará encabezado por Ana M. García Campaña, vicepresidenta de SECyTA, a quien se le cede la palabra. Ana M. García Campaña informa que se presentó la candidatura en el congreso HPLC 2023, la cual fue aceptada, y la sede se presentó en el pasado ISC 2024. Además en el congreso HPLC 2025 (congreso que comparte parte del comité científico permanente), Ana M. García Campaña (en calidad de *chair* local ISC 2028) fue invitada a presentar una *Keynote*. Asimismo, Ana M. García Campaña destaca la importancia estratégica de presentar la propuesta en ISC 2026 que tendrá lugar en Praga, lo que permitirá perfilar detalles y coordinar aspectos con el comité organizador permanente, especialmente en lo relativo a cuestiones económicas, que aún no se han tratado. En ISC 2026 también se habilitará un *stand* para promocionar el próximo congreso ISC 2028. Asimismo, Ana M. García Campaña informa que las reuniones con el Palacio de Congresos de Granada ya se han iniciado, y se prevé una estructura clásica del evento, que se desarrollará desde el domingo (con cursos precongreso) hasta el jueves al mediodía, con tres sesiones paralelas.

Joan Grimalt propone que en Granada se podría hacer un homenaje a Yolanda Picó (socia y vicepresidenta de SECyTA en diferentes periodos, que falleció el febrero pasado) en el ISC dado que ella organizó ISC en 2010. Jordi Díaz aclara que, a propuesta de la Junta de Gobierno, se prevé hacer un homenaje en 2026. Joan Grimalt también pregunta por la dimensión de la residencia Fonseca, y Jordi Díaz aclara que habrá 2 o 3 sesiones paralelas.

2.4. *Junta de Gobierno*

La nueva Junta de Gobierno ya ha iniciado su actividad y mantuvo una primera reunión presencial en Barcelona, en la que se abordaron diversos temas de funcionamiento. Se han realizado los trámites pertinentes ante el Ministerio del Interior para la inscripción en el Registro de Asociaciones, los cuales se encuentran actualmente pendientes de resolución. Entretanto, algunos procedimientos, especialmente los de carácter

bancario, deben continuar siendo gestionados por las personas anteriormente responsables. Asimismo, se comunica que dentro de la Junta de Gobierno se ha procedido al reparto de tareas entre sus miembros. En este sentido:

- Patricia Plaza lidera los aspectos relacionados con la página web.
- Marta Lores y Elena González se encargan de los Premios de Tesis Doctoral.
- Belén Gómara y Ana Isabel Ruiz participan en la elaboración del Boletín.

En materia de protección de datos, la responsabilidad recae en el Vicepresidente Xavier Santos y en Patricia Plaza, debido a las implicaciones que este tema tiene también en la gestión web.

2.5. Premios Tesis Doctoral 2024

Se han presentado un total de 12 tesis doctorales de gran calidad científica. El jurado, que ha sido constituido por la Dra. Iziar Ludwig Sanz Orrio (Univ. Navarra), Dra. Monsalud del Olmo Iruela (Univ. Granada), Dra. Patricia Plaza Bolaños (Univ. Almería) y Dra. Belén Gómara Moreno (Inst. Química Orgánica General del CSIC) han propuesto conceder el premio junto con un accésit, que son los siguientes:

- Premio SECyTA a la mejor tesis doctoral presentada en 2024 a la tesis titulada "Enantiomeric analysis of drugs and/or amino acids by nano-separative techniques. Improving the selectivity in chiral capillary electrophoresis using ionic liquids and deep eutectic solvents in combination with cyclodextrins", defendida por la Dra. Sandra Salido Fortuna, dirigida por las Dras. María Castro Puyana y María Luisa Marina Alegre, y presentada en la Universidad de Alcalá en 2024.
- Accésit a la tesis titulada "Determination of organic contaminants using new materials and solvents from a green analytical chemistry perspective", defendida por la Dra. Cecilia Ortega Zamora, dirigida por los Dres. Javier Hernández Borges y Javier González Sálamo, y presentada en la Universidad de La Laguna en 2024.

El presidente felicita a las premiadas, así como a sus directores, y anuncia que como es habitual se concederán los premios durante la ceremonia de clausura.

2.6. Congresos patrocinados por SECyTA

El presidente anuncia que este punto será tratado en el informe de Secretaría.

2.7. Web de SECyTA

Durante el próximo período se procederá a la actualización de la página web con el objetivo de:

- Adaptarla a los requerimientos legales vigentes (protección de datos, seguridad informática, etc.).
- Mejorar su estructura para facilitar futuras actualizaciones y modificaciones de contenido.
- Modernizar su formato y plataforma, realizando el cambio de Drupal a WordPress.

La coordinación de este proyecto estará a cargo de Patricia Plaza (vocal de la Junta de Gobierno), quien contará con el apoyo de expertos en la materia. Se estima que el coste total de la remodelación será de aproximadamente 3.500 a 4.000 euros.

2.8. Boletín

Se mantuvo una reunión con los miembros del Boletín, que actualmente son: Ana Cristina Soria, Ana Isabel Ruiz, Belén Gómara (que ha sustituido a M.^a Luz Sanz) y Ángel de la Puerta (que ha sustituido a Mario Fernández, que se ha jubilado), donde se trataron algunos temas acordados en la reunión de la Junta de Gobierno:

- Se acordó suspender la impresión en papel a partir de 2026, atendiendo a criterios de uso, sostenibilidad ambiental y eficiencia de recursos. No obstante, se mantendrá el acuerdo anual establecido con las empresas colaboradoras para la edición del Boletín de este año.
- También se acordó pedir a los premiados (tesis doctoral, JAGD, etc.) que colaboren con el Boletín con distintas modalidades en función del premio.
- Se anima a todos los socios a que envíen reseñas, artículos, etc., para que el Boletín sea una forma de difundir la cromatografía y técnicas afines, que permita la comunicación de novedades, etc. En este punto, Núria Fontanals, la secretaria de SECyTA, avanza que en breve y periódicamente se enviará un correo masivo a todos los socios animando a publicar en el Boletín, y en especial a los socios jóvenes, dado que estas contribuciones son remuneradas y pueden resultar interesante para ellos.

Lourdes Ramos interviene diciendo que ella conserva toda la colección del Boletín en Madrid, y hay otra en Barcelona guardada por Maite Galcerán. Xavier Santos interviene diciendo que en Barcelona la copia no es completa. El presidente comenta que se debe prever y acordar como se guardan. Si es posible se intentarán guardar dos copias. Encarna Moyano sugiere guardarlo en la biblioteca de la universidad. Lourdes Ramos comenta que, en su momento, en la biblioteca de Madrid no quisieron, pero lo volverá a preguntar.

2.9. Reconocimiento a socios

Como ya se ha avanzado en el punto 2.3, desde la JG se acordó homenajear a la Dra. Yolanda Picó en la próxima reunión de 2026.

Desde la Junta de Gobierno también se propusieron algunos socios que se han jubilado o están próximos a jubilación para la concesión de la medalla de SECyTA. Se contactará próximamente con ellos y se organizará la concesión durante la reunión de 2026.

3. Informe de Secretaría

En su informe, la secretaria trató los siguientes temas.

3.1. Socios de la SECyTA

La secretaria de la SECyTA, Dra. Núria Fontanals, informa que, desde la última asamblea general celebrada en octubre de 2024 en Pamplona hasta la fecha de hoy, 2 de septiembre de 2025, se han registrado un total de 16 altas y 31 bajas de socios, lo que supone un descenso de 15 socios, quedando el número total de miembros en 491.

Asimismo, la secretaria presenta un gráfico histórico de la evolución del número de socios durante los últimos 20 años, en el cual se observa que, tras un período de incremento entre los años 2007 y 2012 (alcanzando un máximo de 569 socios), la cifra se ha mantenido estable en torno a los 500 socios desde 2017-2018. Por tanto, el ligero balance negativo registrado en el presente año no se considera un dato preocupante, sino dentro de la estabilidad observada en los últimos ejercicios.

En relación con las 31 bajas registradas, la distribución es la siguiente: 4 bajas estatutarias, motivadas por tres impagos consecutivos, 4 bajas por jubilación y 4 por fallecimiento de socios; y 19 bajas restantes, corres-

pondientes a causas habituales, principalmente cambios profesionales en los que las técnicas cromatográficas dejan de tener relevancia en la actividad laboral.

3.2. Ayudas concedidas por la SECyTA

Se han concedido un total de 3 ayudas (de 500 € cada una) para la asistencia a congresos internacionales, distribuidos de la siguiente forma:

- 1 para Metabolomic 2025, 22-26 de junio, Praga (República Checa).
- 2 para Euroanalysis 2025, 31 de agosto-4 de septiembre, Barcelona (España).

En este año la inversión en ayudas para que nuestros socios jóvenes puedan asistir a eventos internacionales ha disminuido notablemente, siendo en 2024 6 ayudas y en 2023 de 13 ayudas. En este punto, la secretaria invita a los socios jóvenes a revisar la normativa de ayudas y anima a pedir las si así lo consideran.

Se han concedido también 2 ayudas (de 250 € cada una) para la asistencia a congresos patrocinados por nuestra Sociedad. Las dos ayudas son para la asistencia a las III Jornadas de Jóvenes Investigadores de la SEEM, que se celebraron entre el 11-13 Junio 2025 en Miraflores de la Sierra, Madrid.

En el caso de la presente reunión, la Sociedad ha concedido un total de 15 becas de inscripción a la XXIV Reunión Científica de la SECyTA (que han supuesto un total de 5.250 €) y 9 ayudas de viaje (1.575 €) a jóvenes investigadores socios de la SECyTA que se desplazan desde fuera de Barcelona. Esta inversión, sumada a las otras ayudas expuestas anteriormente, ha supuesto una inversión global en 2025 de 8.725 € para que sus socios estudiantes puedan asistir y difundir los resultados de sus investigaciones en congresos, poniendo, de nuevo, de manifiesto el esfuerzo de la Sociedad.

3.3. 4.ª edición premios a la mejor tesis doctoral

Este punto ya fue tratado en el informe del presidente (punto 2.5). La secretaria presenta el histórico de solicitudes recibidas, destacando que en las dos últimas ediciones se han presentado un total de 12 tesis doctorales, todas ellas de alto nivel académico y científico. Asimismo, la secretaria señala la excelente acogida que estos premios continúan teniendo entre los socios de la Sociedad.

3.4. Número especial del *Analytical and Bioanalytical Chemistry*

Como ya se ha enviado a través de la secretaria técnica del congreso, se pueden enviar los trabajos presentados al congreso actual como artículos a publicar en un volumen especial de la revista *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, revista que habitualmente publica los trabajos presentados en los congresos Euroanalysis. Se anima a los socios a que envíen los trabajos a publicar a esta revista de alto impacto en química analítica y en técnicas separativas.

3.5. Correo electrónico

La secretaria informa que, durante el presente año 2025, se han realizado un total de 16 envíos de comunicación a los socios desde la dirección de correo secretaria@secyta.es, con información relativa a novedades, cursos, congresos, ofertas de trabajo y otros asuntos de interés. Asimismo, se recuerda a los socios que pueden utilizar dicha dirección (secretaria@secyta.es) para la gestión de altas, consultas y otras cuestiones administrativas.

Se informa, además, que a partir del año 2026 el antiguo correo secretaria.secyta@gmail.com dejará de estar operativo.

4. Informe de Tesorería

En el informe del tesorero se trataron los siguientes asuntos:

4.1. Balance del ejercicio

El tesorero de la SECyTA, Dr. Xavier Ortiz, presenta el estado de cuentas y el balance de pérdidas y ganancias para el período del 01-07-2024 al 30-06-2025, ya que como se comentó en anteriores asambleas, las cuentas se han de aprobar por la misma según los estatutos hasta el 30 de junio, fecha anterior a la asamblea, ya que el ejercicio económico se cierra en esa fecha. Asimismo, se debe presentar un balance de pérdidas y ganancias, que realiza la asesoría fiscal que lleva los libros contables de la Sociedad. Sin embargo, el tesorero también presenta un balance de entradas y salidas de caja como el que ha venido presentando el anterior tesorero en las últimas asambleas.

En relación con el balance económico del ejercicio, el Tesorero destaca los siguientes aspectos:

- *Boletín de la Sociedad*. El Boletín no ha logrado autofinanciarse, dado que los ingresos por pu-

blicidad no superan los costes de edición, distribución y gratificaciones por colaboraciones. No obstante, este dato no reviste especial preocupación, ya que la edición en papel del Boletín dejará de publicarse a partir de 2026, y en los últimos ejercicios la situación ha sido similar. Cabe señalar que en el balance presentado figura únicamente lo contabilizado, no lo facturado.

- *Cuotas de empresas*. El tesorero agradece a las mismas su aportación al balance anual.
- *Cuotas de socios*. Se observa una ligera disminución de ingresos respecto a ejercicios anteriores, derivada del descenso en el número de socios, dado que la cuota se mantiene invariable desde el año 2000. Los gastos asociados a este concepto incluyen la emisión de recibos, devoluciones y gestiones administrativas.
- *Gastos de Junta*. Los gastos imputados a la Junta continúan siendo superiores a lo habitual, no por un incremento en el número de reuniones, sino por la inclusión de tres conceptos adicionales ya incorporados en ejercicios previos: la empresa encargada de la gestión de la Ley de Protección de Datos, la asesoría fiscal y los premios a las tesis doctorales, estos últimos como iniciativa de la Junta de Gobierno.
- *Gastos página web*. Han sido mínimos, limitándose al mantenimiento del dominio.
- *Impuestos*. Los gastos fiscales corresponden fundamentalmente a la declaración del IVA e IRPF, cuyo importe varía en función del número de facturas emitidas cada año.
- *Intereses/gastos bancarios*. Los beneficios por intereses son mínimos, siendo este capítulo negativo debido a los intereses bancarios.
- *Congresos*. Se comentará más adelante (punto 4.2).
- *Becas congresos internacionales y patrocinados*. Este importe no coincide plenamente con el presentado anteriormente en el informe de Secretaría, dado que las ayudas se pagan en dos plazos y el segundo plazo de dos de ellas de 2025 todavía no se ha realizado, y queda para el siguiente ejercicio económico. Asimismo, en este ejercicio se han contemplado el segundo plazo de pago de algunas ayudas para asistencia a congresos que se presentaron en la pasada asamblea general de Pamplona 2024.

Finalmente, el tesorero informa que el ejercicio presenta un balance negativo, pero con un saldo en el banco que nos permite tener una previsión económica del futuro sin una preocupación remarcable.

A continuación, el tesorero presenta el balance de pérdidas y ganancias del ejercicio económico 2024/2025 que ha preparado el asesor fiscal. Como se puede observar, aunque los conceptos varían ligeramente sobre el balance de caja presentado anteriormente, tenemos un balance cuadrado y con saldo negativo, ligeramente superior al de caja, ya que hay un descuadre en la emisión de las facturas (antes o después del cierre del ejercicio). En cualquier caso, confirma la misma tendencia que el anterior. En este momento se dan por aprobadas las cuentas en asamblea general, y se aprueban por asentimiento.

4.2. XXIII Reunión Científica de la SECyTA en Pamplona, 2024

A continuación, el tesorero presenta el balance económico de la XXIII Reunión Científica de la SECyTA celebrada en Pamplona en 2024. Cabe destacar que el balance de la reunión ha sido ligeramente negativo, ajustándose prácticamente a balance cero. El Tesorero da las gracias públicamente al Comité Organizador por contener los gastos y ajustarse al presupuesto. En este momento el presidente interviene para recordar las dificultades que se han encontrado los comités organizadores de las últimas reuniones en ajustar el balance económico para la organización de las mismas, y aprovecha para también tener en cuenta este punto en la reflexión de la conveniencia de organizar anualmente reuniones de la Sociedad. A pesar de tener balance negativo en las últimas reuniones, el presidente recuerda que el cojín económico de la Sociedad es suficiente para hacer frente a ello.

El tesorero también desglosa los gastos del Congreso que corresponden a las becas de inscripción y ayudas de viaje, el balance final, así como al pago de los Premios José Antonio García Domínguez patrocinado por Bruker Española, S. A., a la que agradece el Tesorero el patrocinio de los mismos, que llegan este año a la 20.ª edición.

4.3. Otros temas generales

Al final de su intervención, el tesorero aborda algunos temas generales:

- *Tesorería en transición.* Se informa que continúa pendiente la formalización del registro oficial de la nueva Junta de Gobierno, trámite que ya se encuentra en curso en el Registro de Asociaciones del Ministerio del Interior. En la actualidad, el Dr. Jordi Díaz, anterior tesorero, sigue figurando como tesorero y persona autorizada por

la entidad bancaria, por lo que la tesorería se encuentra aún en periodo de transición.

- *Banco.* A la fecha actual, la totalidad de los fondos de la Sociedad se mantiene en cuenta corriente. Añade que, dado el carácter de la entidad como sociedad científica, no resulta conveniente invertir en fondos ni asumir riesgos financieros con los recursos económicos de los socios.
- *Impagos.* Durante el presente ejercicio se han registrado 16 impagos, lo que ha generado algunos gastos bancarios, si bien estos no representan un importe significativo. No obstante, el tesorero recuerda a los socios la conveniencia de comunicar su baja antes del cobro de las cuotas anuales (habitualmente a finales del primer trimestre) en caso de no desear continuar como miembros, con el fin de evitar costes innecesarios a la Sociedad.
- *Asesoría fiscal.* Se está evaluando la búsqueda de una nueva asesoría fiscal, dado que la actual no está ofreciendo el nivel de servicio deseado.
- *Facturas electrónicas.* En cumplimiento de la Ley 25/2013, relativa al impulso de la factura electrónica, será necesario emitir las facturas en formato digital. Para ello, la Sociedad deberá adquirir un nuevo software que permita cumplir con dicha normativa.

5. Ruegos y preguntas

Antes de iniciar este punto, el presidente indica a los socios que han solicitado las ayudas que, para no alargar la asamblea, se acerquen al lugar de la sala donde se encuentran la secretaria y el tesorero para recibir el cheque bancario correspondiente, toda vez que ya han finalizado sus respectivos informes.

En este apartado, toma la palabra la Dra. Rosa M.ª Marcé, como miembro del Comité Organizador del congreso Euroanalysis 2025, quien agradece públicamente la participación, apoyo y facilidades que los miembros de la Sociedad, y en especial su Junta de Gobierno, ha dado al congreso.

En este punto del orden del día y a la vista de que no hay más ruegos ni preguntas ni más asuntos que tratar, el presidente da por finalizada la 25.ª Asamblea General de la SECyTA a las 17:55 h del citado día, de todo lo cual doy fe como secretaria y firmo la presente con el VºBº del presidente.

Barcelona, 2 de septiembre de 2025.

NÚRIA FONTANALS TORROJA ÚRIA
Secretaria de SECyTA

JUBILACIONES: MARIO A. FERNÁNDEZ MARTÍN



Así comenzó todo...

Enero de 1984, **Mario Antonio Fernández Martín**, licenciado en farmacia por la Universidad Complutense de Madrid, inició su andadura en el departamento de Contaminación Ambiental del Instituto de Química Orgánica General del CSIC (IQOG) obteniendo

una plaza de Titulado Técnico Especializado en 1989 y promocionando a Titulado Superior Especializado en 2002, hasta que, en 2007, obtuvo su plaza de Científico Titular. En sus inicios, trabajó bajo la dirección del Dr. Luis Hernández Saint-Aubin, para, en 1992, convertirse en Doctor, especializándose en el análisis compuestos organoclorados y metales pesados en sustratos del Parque Nacional de Doñana y otras zonas orníticas españolas.

A raíz del fallecimiento del Dr. Hernández Saint-Aubin en 1998, trabajó codo con codo junto a la Dra. María José González, *Mariché*, enfocando su labor científica en el desarrollo y aplicación de métodos analíticos para la determinación de Contaminantes Orgánicos Persistentes (COP), la re-optimización de métodos ya existentes en el grupo y la determinación de nuevos COP en matrices de distinta naturaleza. Así, muchos fueron los trabajos de investigación sobre contaminación química en el medio ambiente, especialmente en el PN de Doñana, el Parque Regional del Sureste de Madrid, el río Ebro o el Turia, en el área de influencia de la incineradora de Valdemingómez, llevándole incluso allende los mares cuando en 2010 se embarcó en una aventura que le supuso un desafío y una gran experiencia a nivel personal y profesional; participando en el proyecto "Circumnavigation Expedition Malaspina 2010", lo que le permitió navegar en el *B.I.O. Hespérides* entre Las Palmas de Gran Canaria y Cartagena y posteriormente, entre Honolulu y Cartagena de Indias. También se centró en el ámbito de la seguridad alimentaria, mediante la evaluación de COP en la población española gracias a diversos convenios firmados con el Ministerio de Sanidad y Comunidades Autónomas, y en el análisis de contaminantes atmosféricos en Madrid y Barcelona. En cuanto al ámbito de la salud humana, también llevó a cabo estudios relacionados con el impacto de la contaminación ambiental por metales pesados y COP en padres y recién

nacidos de la Comunidad de Madrid. Todo ello empleando la cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas. En sus últimos trabajos se introdujo en la cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas para abordar el estudio de algunos contaminantes, en aquel entonces, emergentes, como los ftalatos, parabenos y bisfenoles en productos lácteos y bebidas enlatadas (incluyendo sus envases) y en complementos alimenticios.

Cada etapa de su trayectoria investigadora quedó reflejada en importantes aportaciones científicas, publicadas en revistas punteras y de prestigio en los campos de la química analítica, el medio ambiente y la ciencia y tecnología de los alimentos.

Muchas fueron sus facetas dentro de la investigación, como tutor y supervisor de estudiantes, asesor externo de diferentes Ministerios (Medio Ambiente, Medio Rural y Marino; Salud, Servicios Sociales e Igualdad; y Agricultura y Alimentación), profesor de cursos de formación del CSIC y miembro del panel de seguimiento científico-técnico de Proyectos del Plan Nacional, y una ingente labor como revisor de artículos para revistas de reconocido prestigio en los campos de la química analítica y ambiental.

Pero su compromiso no se limitó al laboratorio o la investigación, sino que se extendió a múltiples aspectos complementarios, como su afiliación desde 1987 a la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA), por aquel entonces Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA). En ella, fue vocal de la Junta de Gobierno y miembro del Comité Editorial del Boletín de la SECyTA, encargándose de la publicidad y las relaciones con las empresas colaboradoras, *webmaster* de su página web y gestor/responsable de sus redes sociales, además de un servicial colaborador 'en silencio' de diferentes tesoreros de la Sociedad.



Y así le despedimos hoy...

Junio de 2025, tras más de cuatro décadas dedicadas a la investigación, Mario se nos ha jubilado.

Pero no todo ha sido ciencia, los que hemos tenido

NOTICIAS DE LA SECyTA

la suerte de estar a su lado podemos decir que su trato siempre amable, su cercanía y su inagotable disposición para ayudar, han marcado profundamente nuestros caminos.

Su incansable curiosidad, *Wiki-Mario* para los amigos, hizo que le preguntásemos todo a él; su fascinación por la astronomía convirtió todos los ordenadores del laboratorio en un pequeño firmamento; su amor por la cocina nos llevó a compartir recetas y secretos culinarios; y su pasión por la música, ‘especialmente antes de Yes’, fue el origen de tertulias memorables.

Esta jubilación es una celebración de todo lo vivido y compartido, y ahora, ha llegado el momento de la ansiada *slow life*, llena de punteos de guitarra y salidas micológicas.

Se marcha un investigador, pero permanece un amigo.

¡Enhorabuena, Mario, gracias por tanto!

**BELÉN GÓMARA, LAURA HERRERO,
BEGOÑA JIMÉNEZ y LOURDES RAMOS**
Instituto de Química Orgánica General, CSIC

UNA SOCIA DE LA SECyTA RECIBE EL “PREMIO MUJERES CIENTÍFICAS”.

Un año más, el 29 de noviembre de 2025, se celebró el evento “Muy Science Fest Madrid 2025” que congregó a algunas de las voces más influyentes del conocimiento para una jornada que unió ciencia, historia, ética y emoción en el corazón de Madrid, con el propósito de acercar la ciencia, las ideas y la reflexión crítica a toda la ciudadanía. En un contexto marcado por la aceleración tecnológica, la desinformación y un debate público cada vez más fragmentado, el evento se presentaba como un espacio donde detenerse, escuchar y volver a conectar con aquello que nos permite entender el mundo y orientarnos en él, y se reafirmaba con el empeño en impulsar la transferencia social del conocimiento y la cultura científica en España.

El colofón del evento llegó con la quinta edición de los Premios Mujeres Científicas, un reconocimiento ya consolidado en el panorama divulgativo español, y donde este año se premiaron seis trayectorias excepcionales dentro de diferentes disciplinas científicas. Dentro de las premiadas, nuestra compañera Coral Barbas fue distinguida por sus avances en Metabolómica aplicada a la salud y su contribución a una medicina personalizada. Desde aquí queremos dar a Coral y al equipo que ella lidera nuestra más sincera enhorabuena por esta merecida distinción.



Coral Barbas, Directora del Centro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO) de la Universidad CEU San Pablo de Madrid, recibiendo el Premio Mujeres Científicas.



Conferenciantes y premiadas en el evento “Muy Science Fest Madrid 2025”.



CONGRESOS CELEBRADOS

European Conference on Analytical Chemistry (EUROANALYSIS 2025)

The 22nd International Edition of the European Conference on Analytical Chemistry (EUROANALYSIS 2025) was celebrated in Barcelona from August 31st to September 4th, 2025, bringing together the European and international analytical chemistry community under the inspiring motto Analytics 5.0: answering societal challenges. Organized by the Catalan Chemical Society (Societat Catalana de Química, SCQ) and with the support of the Division of Analytical Chemistry from the European Chemical Society (DAC-Eu-ChemS) and numerous partner institutions, the conference aimed to demonstrate how analytical science is evolving to address global needs, from sustainability and environmental protection to food security, health, and environmental preservation. The event also incorporated the 24th Annual Meeting of the Spanish Society of Chromatography and Related Techniques (SECyTA), highlighting the strong link between the Spanish and European analytical chemistry communities.

The conference attracted a wide audience of scientists from academia, research institutes, and industry. The program was remarkably rich, including 6 plenary lectures, more than 20 keynote lectures, over 250 full and young oral communications, and more than 400 posters. This diversity created an environment where fundamental research, applied studies, and technological innovation were equally represented.

Plenary lectures provided the conceptual backbone of the congress and highlighted the current challenges and future directions of analytical science. M. Esteban opened the series with a unique historical perspective through the lecture 'Analytical chemistry in Spain: an overview of the last 50 years', which not only celebrated scientific achievements but also placed them in the broader context of the discipline evolution and its impact on Spanish society. Then, E. Psilakis showed the transformative journey from green sample preparation to sustainable analytical chemistry. Her lecture showcased progress to achieve green techniques as well as a holistic framework that embeds sustainability across the entire analytical workflow.

F. Lynen followed the plenary series with a presentation on temperature responsive and per-aqueous liquid chromatography, offering novel solutions for sustainable multidimensional liquid separations. The second plenary lecture, by L. M. Lechuga, focused on ultrasensitive and multiplexed nanophotonic sensors for next-generation point-of-care applications. Sustainability was again at the forefront in the plenary delivered by M. Tobiszewski, who presented greenness metrics and assessments. His contribution demonstrated the importance of developing standardized tools to measure and compare the environmental impact of analytical procedures, thus allowing laboratories to move towards more sustainable practices. G. Günter, receiver of the DAC Award, then closed the plenary session and invited the audience to reflect on the concept of sensors as tools for biointelligence, highlighting the integration of sensing devices with data processing to generate actionable knowledge in important fields such as medicine.

Building on these foundations, the 21 keynote lectures expanded into a wide spectrum of research areas. Mass spectrometry was a central theme, with contributions by E. Moyano on its role as a game changer in analytical chemistry, O. Yanes on the application of artificial intelligence and cloud computing to accelerate metabolite identification, and J. Szpunar on novel MS-based approaches to study nano- and microplastics.

Food and health were also prominently represented. A. Carrasco-Pancorbo and collaborators presented advances in food metabolomics, highlighting strategies, areas of interest, and innovative applications. H.-G. Janssen illustrated how chromatography, mass spectrometry, and data processing have revolutionized food analysis. C. Paoletti discussed new frontiers in food and feed risk assessment, while A. Smolinska introduced volatilomics and chemometrics as promising tools for diagnosis.

Environmental challenges appeared across several keynotes, such as the non-target screening of pesticides and emerging contaminants (D. Lambropoulou), microplastic distribution in wastewater treatment (J.

Hernández-Borges), and novel approaches for sustainable sample preparation (S. Cárdenas). Other contributions expanded towards cultural heritage with the use of hyperspectral imaging and X-ray spectroscopy for the study of artworks and archaeological assets (C. Cucci, K. Janssens).

The oral communications and poster sessions reflected the wide scope of the conference. The sessions included discussions on sustainable sample preparation, environmental contaminants, electroanalysis, chemometrics, and omics, among other key fields. Coffee breaks and poster exhibitions facilitated informal exchanges and encouraged collaboration between young researchers and established experts.

Subsequent sessions addressed topics such as the application of high-resolution mass spectrometry for the detection of persistent organic pollutants, novel sensors for clinical diagnostics, and data fusion approaches in metabolomics and lipidomics. Green chemistry was again highlighted through presentations on the use of natural deep eutectic solvents, microwave-assisted techniques, and waste-derived sorbents as sustainable alternatives for sample preparation. Food analysis emerged as a particularly strong field, with presentations on wine authentication, the valorization of agricultural by-products, the detection of pesticide residues using greener strategies, and the integration of omics techniques for food traceability and quality control. Environmental and health-related applications were also abundant. Sessions on the occurrence of per- and polyfluoroalkyl substances (PFAs), pharmaceuticals, and other contaminants in water highlighted both analytical challenges and regulatory implications. Advances in microplastic characterization using spectroscopic and MS-based methods attracted considerable attention. Biomedical topics included the development of electrochemical sensors for disease biomarkers and devices for non-invasive monitoring.

Poster sessions complemented oral communications with a very high level of participation. They covered an impressive diversity of topics, from omics ap-

proaches to biochemical studies, and provided excellent opportunities for direct scientific discussion.

In addition to the intense scientific program, social and networking activities were essential components of EUROANALYSIS 2025. The welcome reception created an excellent atmosphere to reconnect with colleagues after the first day of sessions. The conference dinner, held in a unique restaurant in Barcelona (El Xalet de Montjuïc), combined local gastronomy with informal exchanges, reinforcing the sense of community and collaboration.

Young researchers were particularly visible, in line with the conference goal to give an active role to the newest members of the community. Moreover, most of them were actively involved in the day-to-day organisation of the conference. We would like to encourage them to continue participating in these fruitful events, as well as in our active societies such as SECyTA and SCQ. We, as former younger researchers, wish to express our gratitude for their time and for their contribution, as well as to the organizing committee, for the success of EUROANALYSIS 2025.

Overall, EUROANALYSIS 2025 in Barcelona was a stimulating, diverse, and inspiring event. The conference highlighted the vitality of analytical chemistry, its continuous innovation, and above all, its capacity to respond to societal challenges through sustainable and interdisciplinary approaches. The meeting served as a reminder that analytical chemistry is not only a technical discipline but also a driver of solutions for health, food security and environmental protection.

ARACELI RIVERA-PÉREZ

*Research Group "Química Analítica
de Contaminantes" (FQM 170)
Department of Chemistry and Physics
University of Almería*

BERNAT ORÓ-NOLLA

*Research Group "Environmental
Analytical Chemistry"
Department of Geosciences
University of Tübingen*

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **42nd International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis (MSB2026)**
10-13 de mayo de 2026. Daejeon (Corea)
<http://www.msb2026.org/>
2. **SETAC Europe 36th Annual Meeting**
17-21 de mayo de 2026. Maastricht (Países Bajos)
Chair: **N. van den Brink**
<https://www.setac.org/discover-events/global-meetings/setac-europe-36th-annual-meeting.html>
3. **ISCC 2026: 44th International Symposium on Capillary Chromatography y 21st GCxGC Symposium**
17-22 de mayo de 2026. Riva del Garda (Italia)
Chairs: **L. Mondello y P. Sandra**
<https://iscc44.chromaleont.it/>
4. **HTC-19: 19th International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Separation Technology**
26-29 de mayo de 2026. Leuven (Bélgica)
Chairs: **S. Eeltink, F. Lynen, D. Cabooter**
<https://htc-19.com/>
5. **XII NyNA 2026: International Congress on Analytical Nanoscience and Nanotechnology.**
2-5 de junio de 2026. Oviedo (España)
Chair: **A. de la Escosura-Muñiz**
<https://www.nyna2026.com/en/>
6. **HPLC 2026: 55th International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques (HPLC 2026)**
6-11 de junio de 2026. Indianápolis (EE.UU.)
Chairs: **J. Anderson y T. Maloney**
<https://hplc2026-symposium.org/>
7. **ExTech 2026: 28th International Symposium on Advances in Extraction Technologies**
6-9 de julio de 2026. Gembloux (Bélgica)
Chair: **G. Purcaro**
https://www.extech2026.uliege.be/cms/c_20456371/en/extech-2026
8. **ECC10: 10th EuChemS Chemistry Congress**
12-16 de julio de 2026. Amberes (Bélgica)
Chairs: **C. De Bie y T. Vranken**
<https://euchems2026.eu/>
9. **1.^{er} Congreso de Análisis Instrumental (XXV Reunión Científica de la SECyTA, 54.^a Reunión Científica del GCTA)**
21-24 de julio de 2026. Salamanca (España)
Chairs: **J. L Pérez-Pavón y C. García-Pinto**
<https://cai2026.es/>
10. **IMSC 2026: 26th International Mass Spectrometry Conference**
22-28 de agosto de 2026. Lyon (Francia)
Chairs: **I. Fournier e I. Compagnon**
<https://imsc26.com/>
11. **ISC 2026: 35th International Symposium on Chromatography**
6-10 de septiembre de 2026. Praga (República Checa)
Chairs: **M. Holčápek y L. Nováková**
<https://www.isc2026.org/>
12. **Dioxin 2026: 46th International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants (POPs) and BFR 2026: 12th International Symposium on Flame Retardants**
13-17 de septiembre de 2026. Riva del Garda (Italia)
Chair: **W. Tirlir y M. Rose**
<https://www.dioxin2026.org/>
13. **4th European Sample Preparation (EuSP2026) and the 3rd Green and Sustainable Analytical Chemistry (GSAC2026)**
13-16 de octubre de 2026. Santiago de Compostela (España)
Chairs: **M. Llompart, M. Celeiro, T. Dagnac y E. Psillakis (chair honorario)**
<https://www.usc.gal/en/conference/2026-eusp-gsac>

NUEVAS TESIS DOCTORALES



“Development and Validation of Novel Analytical Methodologies for Studying Analytes of Interest in Food and Environmental Matrices”

Autor de la tesis: **Adrián de la Fuente Ballesteros**

Directores de tesis: Dra. Ana M. Ares y Dr. José Bernal

Lugar y fecha: Universidad de Valladolid, 7 de febrero de 2025

Resumen:

El desarrollo de metodologías analíticas robustas es crucial para avanzar en el conocimiento sobre analitos de interés en muestras alimentarias y medioambientales. Estas metodologías permiten la determinación de diversos compuestos, mejorando la capacidad de estudiar su presencia, distribución y posibles implicaciones para la salud, el equilibrio en el ecosistema y la composición intrínseca de estas matrices. En esta tesis doctoral, se utilizaron varias técnicas de preparación de muestra para detectar una amplia gama de analitos utilizando cromatografía de gases o cromatografía líquida acopladas a espectrometría de masas o detección por ionización de llama. En algunos casos, se implementaron etapas adicionales de limpieza para mitigar los efectos de matriz significativos observados en las muestras. El desarrollo de los métodos se realizó en consonancia con los principios de la química analítica verde, y se aplicaron índices azules para evaluar su practicidad. El objetivo fue diseñar tratamientos de muestra simples, eficientes, rentables y rápidos que garantizaran recuperaciones óptimas de los analitos mientras se minimizaban las interferencias de la matriz. Todos los métodos fueron validados conforme a la legislación vigente. Posteriormente, estos se aplicaron a diferentes muestras de origen medioambiental y alimentario, principalmente productos de la colmena como miel, polen de abeja, cera de abeja, jalea real y propóleo. Esta tesis permitió el estudio de varias familias de analitos, como compuestos bioactivos, alcaloides de pirrolizidina y tropano, plaguicidas, plastificantes y compuestos orgánicos volátiles. Los resultados destacan la versatilidad y aplicabilidad de las metodologías desarrolladas, confirmando su capacidad para monitorear un amplio espectro de compuestos en diferentes tipos de muestras. Esta investigación establece un marco fundamental para avanzar en los estudios en química alimentaria y medioambiental, subrayando cómo los principios de la química verde, la preparación de muestras y los enfoques cromatográficos pueden integrarse de manera analítica en métodos novedosos.



“Advanced mass spectrometric techniques for screening and metabolomics approaches in food and nutrition”

Autor: **David Izquierdo Sandoval**

Directores: Dr. Juan Vicente Sancho Llopis y Dra. Tania Portolés Nicolau

Grupo de investigación: Environmental and Public Health Analytical Chemistry, Research Institute for Pesticides and Water, University Jaume I.

Día y lugar de la defensa: 22 de julio de 2025. Univ. Jaume I

Resumen:

El sistema alimentario actual, basado en cadenas de producción complejas e interconectadas a nivel global, genera incertidumbre entre los consumidores y las autoridades respecto a la seguridad y la calidad de los alimentos que se consumen. Además, existe una demanda creciente de información acerca de la relación entre nutrición, bienestar y enfermedad. Todos estos factores ponen de manifiesto la urgente necesidad de desarrollar metodologías analíticas que permitan obtener mayor conocimiento acerca de los componentes que forman los alimentos y sus potenciales efectos sobre la calidad del producto y la salud del consumidor.

La presente tesis doctoral ha investigado el potencial de innovadoras metodologías analíticas avanzadas basadas en la cromatografía acoplada a la espectrometría de masas de alta resolución (xC-HRMS) para abordar diferentes desafíos relacionados con la ciencia de los alimentos, la nutrición y la salud. El trabajo se estructura en tres capítulos temáticos principales:

- I. En el primer capítulo se desarrollaron diferentes metodologías analíticas de *screening* de microcontaminantes orgánicos (OMPs) apolares, volátiles y térmicamente estables en matrices alimentarias y ambientales, empleando novedosos instrumentos basados en cromatografía de gases-HRMS (GC-HRMS) incluyendo la movilidad iónica (IMS).
- II. En el segundo capítulo se examinaron y cuantificaron los cambios en los compuestos volátiles (aromas) durante un procesado de alimentos destinado a modificar las propiedades organolépticas de un producto, empleando GC-HRMS con distintos tratamientos de muestra.
- III. Finalmente, en el último capítulo se emplearon modelos de *digestión in vitro* para comparar los cambios metabólicos producidos por carne roja y un sustituto cárnico vegetal ultraprocesado (PBMA) en la microbiota intestinal, empleando metabolómica no dirigida basada en cromatografía de líquidos-HRMS.

Los resultados obtenidos en este trabajo demuestran que las metodologías basadas en xC-HRMS son adecuadas para abordar el estudio tanto de compuestos exógenos como endógenos en matrices complejas, englobando los distintos campos relacionados con la ciencia de los alimentos y la relación alimentación-salud-bienestar.

ARTÍCULOS DE INTERÉS

Métodos cromatográficos sostenibles para el análisis de fármacos

La cromatografía líquida (LC) es una técnica analítica esencial en el análisis de productos farmacéuticos, para lo que se requiere del desarrollo y validación de metodologías sensibles, precisas y robustas que garanticen su calidad y seguridad a lo largo de su ciclo de vida. La incorporación de los principios de la Química Analítica Verde (GAC) en el desarrollo de estos métodos permite minimizar el uso de reactivos y disolventes tóxicos, así como reducir el consumo de recursos y la generación de residuos, haciendo los procesos analíticos más sostenibles.

Para evaluar la sostenibilidad de estos métodos analíticos existen diversas herramientas, como AGREE, AGREEprep, AGSA, AMGS, AMVI, Analytical Eco-Scale, BAGI, CACI, GAPI, ComplexGAPI, HEXAGON, RGB/RAPI y RGB/Whiteness, entre otras. Este tipo de métricas permite realizar análisis cualitativos, semicuantitativos o cuantitativos para identificar impactos ambientales, de salud, seguridad y energía de la metodología empleada. Algunas de las más utilizadas actualmente se describen brevemente a continuación:

Analytical Eco-Scale es una herramienta semicuantitativa que evalúa los métodos analíticos en función de los riesgos, el consumo de reactivos, el uso de energía y la generación de residuos. Emplea una escala de 25-100 puntos, deduciendo puntos por parámetros que se desvían de los principios de la Química Verde.

De manera similar, AGREE es una herramienta combinada cuantitativa y cualitativa que utiliza una escala de 0 a 1. Evalúa el cumplimiento de los 12 principios de la GAC y proporciona un pictograma que ilustra tanto la puntuación global como el desempeño en cada principio.

Por su parte, GAPI es una métrica cualitativa que considera la preparación de la muestra, los riesgos, el consumo energético y la generación/tratamiento de residuos. Utiliza una evaluación de 15 parámetros representada mediante un pictograma con colores verde, amarillo y rojo que indican impacto ambiental bajo, medio y alto, respectivamente. Se han propuesto extensiones como MoGAPI, ComplexGAPI y Complex-

MoGAPI para incorporar factores adicionales (incluyendo el pretratamiento, transporte y almacenamiento de la muestra) y para ofrecer evaluaciones más cuantitativas.

Finalmente, RGB/Whiteness es una métrica flexible que integra tres dimensiones: seguridad y respeto ambiental del método (verde), desempeño analítico (rojo) y practicidad/productividad (azul). Utiliza un "Color Score" que varía entre 0 y 100 % para cada categoría. En base a estas puntuaciones, el desempeño global del método se clasifica en diferentes colores en función del grado de satisfacción de los atributos considerados.

Esta reseña recoge tres artículos recientes que abordan el desarrollo y la validación de métodos sostenibles de LC para el análisis de sustancias farmacéuticas o productos farmacéuticos con formulaciones orales sólidas, cuya sostenibilidad fue verificada mediante el uso de varias de estas herramientas de evaluación.

"Evaluation of analytical greenness metric for an eco-friendly method developed through the integration of green chemistry and quality-by-design for the simultaneous determination of Nebivolol hydrochloride, Telmisartan, Valsartan, and Amlodipine besylate"

Veerendra, Y. V. S.; Brahman, P. K.; Mankumare, S. D.; Ch, J., y Kumar, C. V. *Heliyon* (2024) 10(16) e35376

La enfermedad cardiovascular, la afección con mayor prevalencia a nivel mundial, actualmente se trata con numerosos medicamentos. Algunos de ellos incluyen hidrocloreto de nebivolol (NEB), telmisartán (TEL), valsartán (VAL) y besilato de amlodipino (AML), que actúan sobre los canales de calcio, como betabloqueantes o sobre el receptor de angiotensina II. Este artículo se centra en el desarrollo y validación de un método basado en HPLC-UV robusto y respetuoso con el medio ambiente para la determinación simultánea de los compuestos anteriormente mencionados.

El método emplea una columna Waters XBridge Shield RP18 (100 × 4,6 mm, 3,5 µm) a 40 °C con una

fase móvil de agua modificada con ácido fórmico al 0,1 % (pH 2,5) y etanol (40:60 v/v), logrando la separación de los cuatro fármacos en menos de 8 min y con un tiempo total de análisis de 10 min. Los compuestos se detectaron a 220 nm.

Tanto los patrones comerciales de los analitos de interés como las muestras de productos farmacéuticos comerciales utilizados en este estudio se disolvieron en una mezcla de etanol:agua (80:20 v/v) para obtener intervalos de concentración adecuados para su análisis (del orden de µg/mL).

La validación, realizada conforme a las directrices ICH, mostró una excelente linealidad ($r^2 > 0,999$) y una alta exactitud y precisión (recuperaciones $> 98,5\%$ y $RSD < 2\%$). La robustez, evaluada mediante un diseño de experimentos variando el flujo, la temperatura y la composición de la fase móvil, confirmó resoluciones superiores a 2 para todos los compuestos y factores de asimetría adecuados ($< 1,8$). El método se aplicó satisfactoriamente a formulaciones comerciales, con recuperaciones entre el 99 y 100 %.

Tras el desarrollo y la validación, el método de LC fue analizado con las herramientas AGREE, AMGS y RGB alcanzando puntuaciones de 0,80, 228,22 y 83, respectivamente. Entre las características favorables que contribuyeron a estos resultados se incluyen el análisis simultáneo de los 4 analitos, el tiempo de análisis reducido y el uso de etanol como fase móvil. Por otro lado, se penalizó el análisis "off-line", siendo éste un aspecto importante de mejora. Estos resultados demuestran que el método desarrollado por Vee-rendra *et al.* es respetuoso con el medioambiente además de robusto y adecuado para el análisis de estos compuestos farmacológicamente activos (APIs).

"Toward sustainability and environmental preservation: development of greener analytical methods rather than pharmacopeial methods for the determination of albendazole, fenbendazole, and oxfendazole in drug substances-stress degradation studies"

Al-Khateeb, L. A.; El-Demerdash, A. O.; Khalil, I. A.; Abd Elhalim, L. M.; Alqarni, M., y Gamal, M. *Microchemical Journal* (2025) 216 114686

Albendazol (ALB), fenbendazol (FEN) y oxfendazol (OXF) son compuestos ampliamente utilizados en medicina veterinaria para el tratamiento de infecciones parasitarias. Este estudio describe el desarrollo y vali-

dación de un método analítico basado en HPLC-UV para el análisis de estos 3 APIs. Aunque, en un principio, los autores intentaron el análisis simultáneo de estos fármacos, la interferencia causada por los correspondientes productos de degradación presentes en las materias primas lo impidió. Por ello, desarrollaron métodos individuales para la determinación selectiva de cada API en presencia de sus productos de degradación en diferentes condiciones de degradación forzada.

El método isocrático optimizado utilizó una columna BDS Hypersil C18 (250 mm × 4,6 mm, 5 µm) a 40 °C y fases móviles compuestas por formiato de amonio y etanol en proporciones específicas para cada fármaco. La detección UV se realizó a diferentes longitudes de onda (ALB: 220 nm, FEN: 240 nm y OXF: 225 nm), resultando en tiempos de retención entre 4,2 y 7,5 min, empleando un flujo de 1,2 mL/min.

Se prepararon soluciones madre y curvas de calibración en intervalos adecuados, utilizando como diluyente formiato amónico 0,03 M y etanol (60:40 v/v). Los productos de degradación, que eluyeron antes de los principios activos intactos, se identificaron exponiendo los APIs a condiciones ácidas, básicas, oxidativas, térmicas y fotolíticas.

La validación del método según las directrices de la ICH mostró excelente linealidad ($r^2 \geq 0,999$) en intervalos de 0,1-10 µg/mL para ALB y FEN y 0,5-10 µg/mL para OXF. También se evaluó la exactitud y precisión del método, con recuperaciones dentro del 2 % del valor esperado y RSD intra- e inter-día $< 1\%$ para todos los APIs. La robustez fue confirmada al variar la temperatura de la columna, el pH del tampón y el contenido de etanol, con un impacto mínimo en el número de platos, el factor de asimetría y el factor de capacidad.

La sostenibilidad del método analítico propuesto se evaluó utilizando cuatro métricas de GAC: AGREE, Analytical Eco-Scale, BAGI y RGB/Whiteness, obteniéndose puntuaciones de 0,76, 70, 85,0 y 92,2, respectivamente. Estos resultados reflejan varias características beneficiosas del método, entre ellas la ausencia de conservación, transporte o almacenamiento de muestras; bajo consumo energético; cumplimiento adecuado de los criterios de validación; y elevada eficiencia de coste y tiempo. Por el contrario, ciertos aspectos contribuyeron a la obtención de penalizaciones, destacando el consumo elevado de reactivos, la generación sustancial de residuos y la ausencia de me-

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

didas para su tratamiento. Estas limitaciones constituyen aspectos críticos susceptibles de mejora en futuras optimizaciones.

En conjunto, el método desarrollado es adecuado para la determinación de ALB, FEN, OXF y sus posibles productos de degradación, ofreciendo además un menor impacto ambiental en comparación con metodologías previamente empleadas para este propósito.

“A comprehensive approach to green and robust UPLC method for combined antihypertensive drugs”

Dandabattina, R.; Merugu, K. S.; Menda, J.; Kowtharapu, L. P.; Sharathbabu, H., y Katari, N. K. *Microchemical Journal* (2025) 218 115438

La metildopa (MET) es un fármaco antihipertensivo que a menudo se combina con hidroclorotiazida (HID), un diurético, para el tratamiento de la hipertensión. Este estudio se centró en el desarrollo y validación de un método analítico sostenible, basado en UHPLC-UV, para la determinación simultánea de estos dos principios activos y sus posibles productos de degradación.

Utilizando un enfoque en Calidad por Diseño (QbD), se optimizó un método que empleaba una columna Waters HSS C18 (100 mm × 2,1 mm, 2 µm) a 30 °C y una fase móvil de acetonitrilo y tampón fosfato monopotásico 0,01 N (pH 3,5) en una proporción 60:40 v/v. Todos los analitos eluyeron en menos de 3 min, empleando un flujo de 0,3 mL/min. La detección se realizó a 219 nm.

Se prepararon soluciones madre y de trabajo de MET e HID en la fase móvil para elaborar curvas de calibración en concentración adecuada (MET: 2,5-15 µg/mL; HID: 25-150 µg/mL), y el método se aplicó a comprimidos comerciales que contenían ambos principios activos y que se disolvieron y diluyeron hasta obtener concentraciones dentro del intervalo de calibración.

El método se validó según las directrices de la ICH y mostró una excelente linealidad ($r^2 \geq 0,999$), recuperaciones superiores al 98,5 % y precisiones con valores de RSD inferiores al 1 % para ambos fármacos. Además, el método fue selectivo, sin interferencias de los

productos de degradación ni de los excipientes. La robustez se evaluó mediante un diseño factorial 2^3 , variando la velocidad de flujo, la proporción de tampón y el pH. La velocidad de flujo fue el único factor estadísticamente significativo que afectó al factor de asimetría y la resolución, aunque el método demostró resistencia a cambios menores.

La sostenibilidad del método se evaluó utilizando las métricas de GAC: AGREE, MoGAPI, CACI, AGSA y Analytical Eco-Scale, obteniendo puntuaciones de 0,73; 76; 70; 76,39 y 75, respectivamente. Estos buenos resultados se atribuyen principalmente al corto tiempo de elución, al bajo consumo de muestra, al uso mínimo de reactivos peligrosos y a la reducida generación de residuos. Sin embargo, se aplicaron penalizaciones por ciertos aspectos, como el uso de acetonitrilo en la fase móvil y la ausencia de un protocolo de tratamiento de residuos, que serían los parámetros clave a considerar para una posible futura mejora.

En general, el método desarrollado se considera una opción más sostenible y adecuada para el análisis simultáneo de MET e HID en comparación con los métodos disponibles previamente.

A modo de resumen de esta reseña bibliográfica, destacar que, aunque existen numerosos métodos de LC disponibles en la bibliografía para el análisis de fármacos, todavía hay oportunidad para innovar, creando nuevos métodos que no solo sean más ecológicos, sino que también ofrezcan un mejor rendimiento analítico. Para lograrlo, se pueden adoptar varias estrategias prácticas, como la miniaturización de los procesos para disminuir el consumo de recursos, el uso de reactivos de origen biológico, la eliminación o sustitución de reactivos tóxicos y la implementación de métodos multi-analito para maximizar la eficiencia. Al integrar estas prácticas, se pueden desarrollar métodos más sostenibles sin comprometer la calidad analítica, contribuyendo así a un futuro más seguro y respetuoso con el medioambiente para la química analítica.

CISLOYNNY BEAUCHAMP PÉREZ

Estudiante de doctorado
Universidad de Navarra y ARDENIA
(Pamplona)



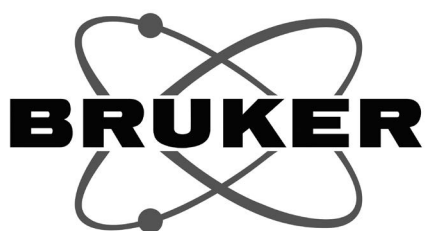
EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.
Moll de Barcelona, s/n WTC Barcelona
Edificio Sur, Planta 8
08039 BARCELONA
- BRUKER ESPAÑOLA, S.A.
Avda. Marie Curie, 5
Edificio Alfa – Pta. Baja
(Parque Empresarial Rivas Futura)
28521 RIVAS-VACIAMADRID (Madrid)
- PERKINELMER SCIENTIFIC SPAIN, S.L.
Ronda de Poniente, 19
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- TEKNOKROMA ANALÍTICA, S.A.
Camí de Can Calders, 14
08173 SANT CUGAT DEL VALLES
(Barcelona)

ASOCIADAS

- INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.
Avda. Cerdanyola, 73, 3.º izqda.
08172 SANT CUGAT DEL VALLÈS (Barcelona)
- PALEX MEDICAL, S.A.
Calle de Sepúlveda, 17
28108 ALCOBENDAS
(Madrid)
- LECO INSTRUMENTOS, S.L.
Plaza de la Encina, 10, n.º 3, 1.º A
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- SCHARLAB, S.L.
Gato Pérez, 33
Polígono Industrial Mas D'en Cisa
08181 SENTMENAT (Barcelona)
- SUGELABOR, S.A.
Sicilia, 36
28038 MADRID
- SYMTA, S.L.L.
San Máximo, 31
28041 MADRID



CONFIDENT LIPID IDENTIFICATION ENABLED BY EXCELLENT INSTRUMENT PERFORMANCE: IMPROVED ACCURACY AND PRECISION IN LIPIDOMICS ON THE NOVEL TIMSMETABO™

Precise quantification and correct annotation of individual lipids are fundamental to deciphering the complex lipid function in biological systems. Achieving both simultaneously remains a major challenge that we address with increasingly sophisticated instrumentation and methodology. Here, we demonstrate that timsMetabo enables reliable lipid quantitation in low-input samples, which is vital for investigating biological functions of low-abundance lipids. Furthermore, high-confidence annotation that includes low-abundant lipid fragments allows researchers to deduce meaningful interpretations of lipid roles and metabolic processes from lipidomics data.

Aiko Barsch², Edward Rudt², Viola Jeck², Mohamed Elsadig², Cristian De Gobba², Robert Jirásko¹, Lukáš Cudlman¹, Michal Holčápek¹, Matthew R. Lewis²

¹ University of Pardubice, Czech Republic; ² Bruker Daltonics GmbH & Co KG, Bremen, Germany.

Challenge

In complex and diluted biological samples, the confident quantification and annotation of individual lipids are hampered by co-elution of interfering compounds, insufficient MS performance, and chimeric MS/MS spectra unsuitable for automated annotation.

Solution

The novel timsMetabo LC-TIMS-QTOF from Bruker addresses these challenges by combining LC and TIMS selectivity with exceptional performance in MS and MS/MS modes, enabling the detection of low-abundance lipid species and generating detailed fragment spectra.



Boosting Quantitation and Annotation Confidence with Enhanced Sensitivity

Improved lipid detection ensures that precise quantitation is achieved even in diluted samples and for low-abundance precursors and fragments. It can boost annotation confidence by revealing low-abundant fragment ion peaks in the MS/MS spectra, leading to more confident, and, frequently, higher-level (from species to molecular species) lipid annotations.

Lipid Extraction and Analysis

Lipids were extracted from NIST SRM 1950 reference plasma using MTBE [1] by Prof. Michal Holčápek's team (Pardubice, Czech Republic). The extracts were spiked with a custom mix of deuterated internal lipid standards according to the lipidomics standards initiative guidelines (lipidomicstandards.org) to enable accurate lipid quantification.

Extracts were diluted to represent 20 nL to 1 nL equivalents of SRM 1950 plasma. Injection volume was 1 µL. Data was acquired using a 26-minute reversed-phase LC method [2] coupled to the novel timsMetabo TIMS-MS system operated in 4D-PASEF® negative mode. Representative lipid species from three different classes were selected and quantified.

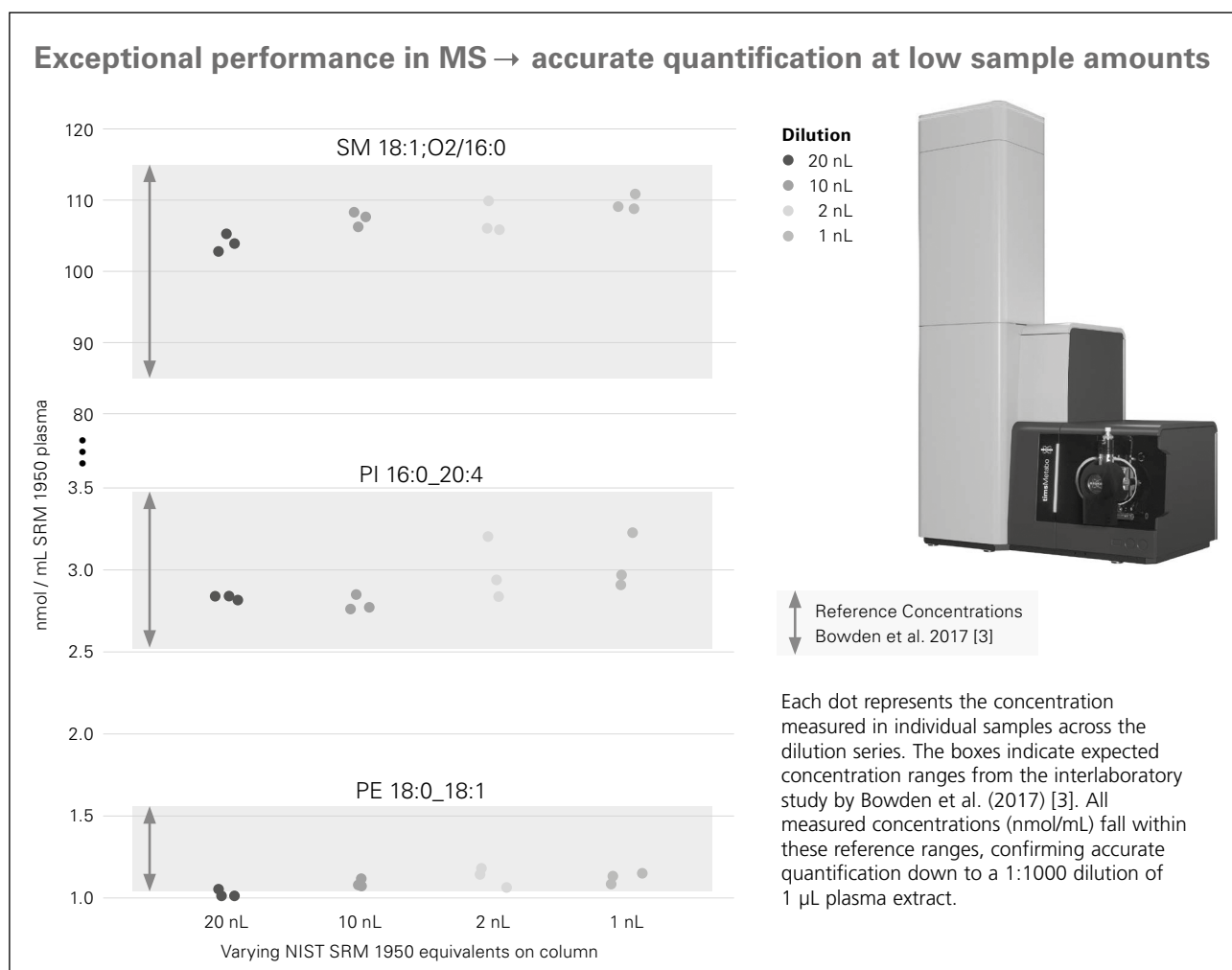


Figure 1. Displays lipid concentrations for three lipid species (Phosphatidylethanolamine (PE), Phosphatidylinositol (PI), and Sphingomyelin (SM)) analyzed in negative mode.

PE 18:0_18:1 was normalized to PE 15:0/18:1-d7; PI 16:0_20:4 was normalized to PI 15:0/18:1-d7; SM 18:1;O2/16:0 was normalized to SM 18:1;O2/18:1-d9.

Results and Discussion

Figure 1 highlights concentrations for three lipids determined in a dilution series of SRM 1950 plasma extracts using negative ionization mode. Lipid concentrations can be accurately quantified down to 1 nL SRM 1950 plasma extract equivalents, corresponding to a 1 μ L extract diluted up to 1:1000. Our results corresponded with the interlaboratory study by Bowden et al. (2017) [3]. The determined concentrations are consistent across the acquired dilution series*.

* Note that multiple lipid species may contribute to Bowden's reference concentrations. In this study, the major lipid species was

Conclusion

The timsMetabo platform enables precise lipid quantification for both high-volume and limited-sample applications.

References

- [1] Matyash, V., et al. *J. Lipid Res.* **2008**, 49 (5), 1137-1146.
- [2] Vaňková, Z., et al. *Anal. Bioanal. Chem.* **2022**, 414 (1), 319-331.
- [3] Bowden, J. A., et al. *J. Lipid Res.* **2017**, 58 (12), 2275-2288.
- [4] npc-open-lcms/Protocols/NPC.SOP.MS003_v2.1_PP_Lipid blood.pdf at main · phenomcentre/npc-open-lcms · GitHub.

used for comparison, which may result in minor differences between measured and reference concentrations.

Exceptional performance in MS/MS → more confidence

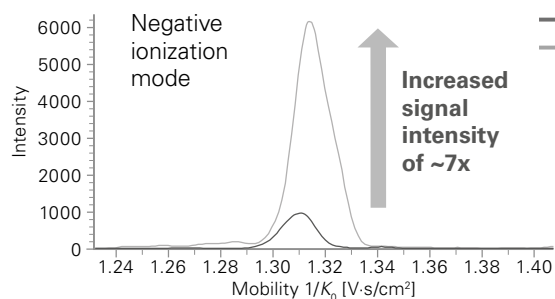


Figure 2. Extracted Ion Mobilogram for $[M-H]^-$ of PE 16:0_18:2.

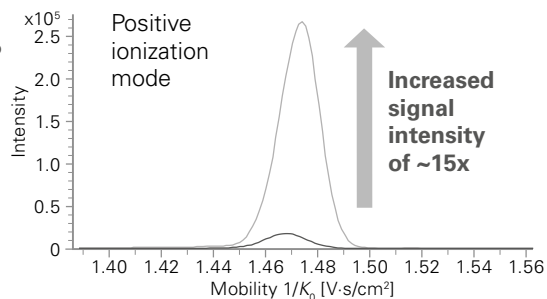
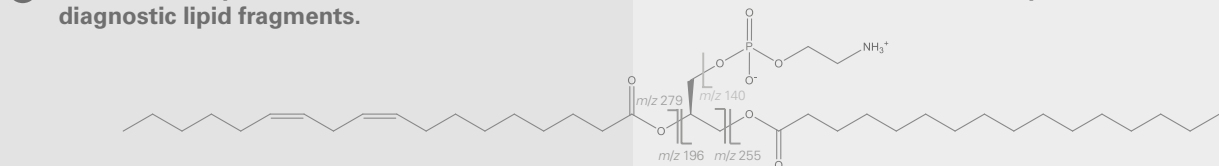
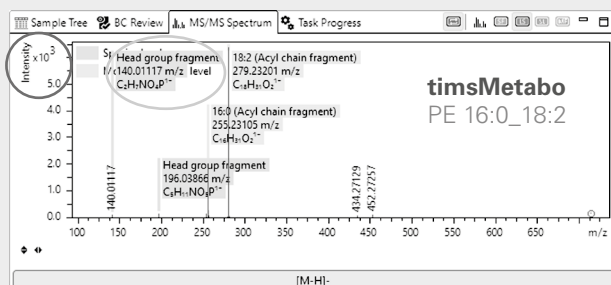
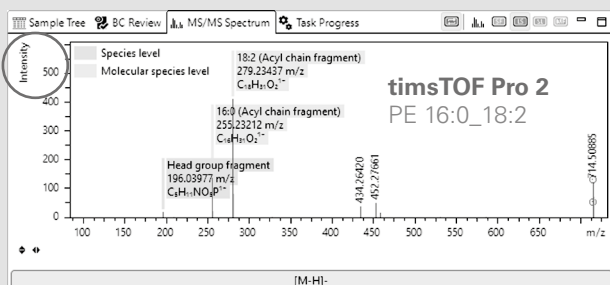


Figure 3. Extracted Ion Mobilogram for $[M+H]^+$ of PC 18:1_22:6.

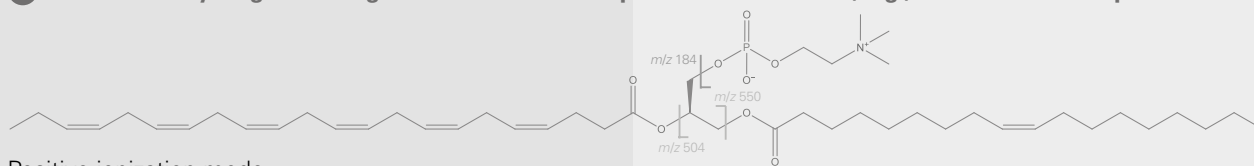
A The increased performance of the timsMetabo allows for identification of low-intensity, diagnostic lipid fragments.



Negative ionization mode



B Low-intensity diagnostic fragments facilitate more precise annotation of, e.g., PC on molecular species level.



Positive ionization mode

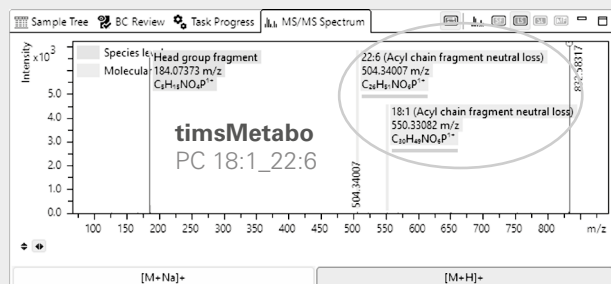
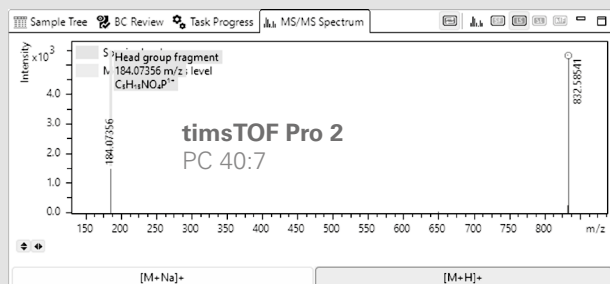


Figure 4. Comparison of MS/MS spectra on timsTOF Pro2 and timsMetabo based on **A** PE 16:0_18:2 in negative ion mode and **B** PC 40:7 (PC 18:1_22:6) in positive ion mode, respectively. Molecular structures are shown highlighting the fragments observed in the PASEF MS/MS spectra.

Lipid Extraction and Analysis

Lipids were extracted from NIST SRM 1950 reference plasma using IPA based on an adapted method from NPC [4]. Extracts were diluted, and 66 nL plasma equivalents were injected onto the column. Samples were analyzed using a 14-minute reversed-phase LC method coupled to both the timsTOF Pro2 and the novel timsMetabo TIMS-MS system with 4D-PASEF acquisition in both ionization modes.

Results and Discussion

Figures 2 and 3 show Extraction Ion Mobilograms (EIMs) for $[M-H]^-$ of PE 16:0_18:2 and for $[M+H]^+$ of PC 18:1_22:6, respectively. These highlight a ~7–15× increase in precursor ion intensity using timsMetabo compared to timsTOF Pro 2, demonstrating improved ion transfer.

TIMS separation combined with PASEF acquisition yields cleaner MS/MS spectra, essential for confident lipid identification. timsMetabo further enhances sensitivity in both MS and MS/MS through synchronized TIMS-MX and Athena Ion Processor (AIP) action,

boosting annotation confidence. Figure 4A compares MS/MS spectra of PE 16:0_18:2 acquired on both systems in negative mode. timsMetabo shows ~10× higher sensitivity and a distinct 140 m/z fragment, confirming the head group (Figure 4B) and supporting the PE 16:0_18:2 annotation.

Figure 4C showcases the MS/MS spectra for PC 18:1_22:6, highlighting the enhanced sensitivity of timsMetabo. Unlike conventional platforms, timsMetabo successfully detects low-abundance diagnostic fragment ions at m/z 504 and 550 (acyl chain neutral losses), enabling confident annotation at the molecular species level. This heightened specificity marks a significant advancement in routine lipidome profiling of complex samples, paving the way for deeper insights into biological pathways.

Conclusion

TIMS separation combined with enhanced ion transfer in timsMetabo improves detection of low-abundance fragments, including neutral losses and headgroup ions. This leads to a significant increase in confident lipid annotations at the molecular species level.



Prof. Michal Holčápek

University of Pardubice, Czech Republic

"The sensitivity of the new timsMetabo instrument is truly im-

pressive. It enables researchers to accurately quantify lipids in complex extracts using MS data and provides more specific molecular species-level annotations thanks to its enhanced MS/MS performance."

Unlock the Power of Precision Lipidomics with timsMetabo

Bruker's timsMetabo LC-TIMS-QTOF redefines sensitivity and confidence in lipidomics. Designed to tackle the challenges of low-abundance lipid detection and complex sample matrices, timsMetabo delivers:

- Cleaner spectra with 4D-TIMS separation and up to 10× higher MS and MS/MS sensitivity
- Reliable quantification down to 1.0 nL plasma equivalents
- Significantly more lipid annotations at the molecular species level

Whether you're working with precious clinical samples or pushing the boundaries of lipid biomarker discovery, timsMetabo empowers you with unmatched annotation confidence and quantitation accuracy — even at extreme dilutions.

More sensitivity. More confidence. More insights. timsMetabo: The future of high-resolution lipidomics is here.

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

Bruker Switzerland AG

Fällanden · Switzerland
Phone +41 44 825 91 11

Bruker Scientific LLC

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

ms.sales.bdal@bruker.com – www.bruker.com



Learn more at www.bruker.com/timsMetabo



INSTRUMENT: PEGASUS® BTX 4D AND CHROMATOOF® SYNC 2D

Enhanced GCxGC Data Processing by ChromaTOF® Sync 2D for Traditional Belgium Beer Aroma Analysis and Comparison

LECO Corporation; Saint Joseph, Michigan (USA)

Key Words: ChromaTOF Sync 2D; Aroma Profiling; Beer Analysis; SPME; GCxGC; TOFMS.

Introduction

Aroma plays a crucial role in the sensory properties of food and beverages, making the analysis of volatile compounds essential for understanding and optimizing industrial processes like beer brewing. [1,2] Each beer and brand have a unique aroma profile influenced by its ingredients and brewing process. The volatile profile of beer provides valuable insights into raw materials, fermentation, maturation, and potential defects. Among these compounds, fatty acid esters



are key contributors to beer aroma due to their low odor threshold, along with terpenoids, aldehydes, and ketones. [3,4] Aroma analysis is essential for understanding the sensory characteristics of beer and often requires advanced analytical techniques and efficient data processing workflows. Comprehensive two-dimensional gas chromatography (GCxGC) provides high-quality data, but effective interpretation relies on robust software tools. In this study, *ChromaTOF Sync 2D* was applied to enhance GCxGC data processing for the aroma analysis of beers from Val-Dieu, a traditional Belgian abbey brewery with a rich history of fermentation expertise. [5]



Experimental

In total, seven Belgian Trappist beers kindly provided by Val-Dieu (see Table 1) were analyzed using head-space solid-phase microextraction (HS-SPME). After degassing, 1 g NaCl was added to 10 mL of sample in a 20 mL HS vial. After an incubation time of 1 min at 40 °C, a DVB/CAR/PDMS SPME fiber was exposed for 15 min and then desorbed on a split/splitless injector. Table 2 summarizes the parameters applied for the injection conditions and the GCxGC-TOFMS analysis. Samples were injected in triplicate, and an n-Alkane standard (C7–C30) was also analyzed for calculation of linear retention indices (RI).

Table 1. Analyzed Belgium Trappist Beers from the Abbey Val-Dieu.

Nr.	Name	Style
1 ●	Blonde	Belgian Pale Ale
2 ●	Brune	Belgian Dubbel
3 ●	Fruitée	Fruit Beer
4 ●	Grand Cru	Quadruple
5 ●	Hop	Belgian Ale
6 ●	Noël	Christmas Ale
7 ●	Triple	Tripel

Table 2. GCxGC-TOFMS analysis parameters.

GC Parameters	Agilent 8890
Injector	split (1:50), 250 °C
Carrier Gas	Helium, 1.40 mL/min, constant flow
Columns	Rxi-5 ms 30 m x 0.25 mm x 0.25 µm (Restek) Rxi-17 Sil ms 0.6 m x 0.15 mm x 0.15 µm (Restek)
Oven Program	50 °C (3 min), 5 °C/min to 240, 10 °C/min to 270 °C (1 min)
Secondary Oven Temp	+5 °C (relative to the GC oven temperature)
Modulator Temp	+15 °C (relative to the secondary oven temperature)
Modulation Period	2.5 s
Transfer Line	300 °C
TOFMS	LECO Pegasus BTX 4D LN2
Ion Source Temp	250 °C
Mass Range	40–400 m/z
Acquisition Rate	100 spectra/s

Results and Discussion

Understanding the variation in aroma components is essential for comprehending the quality of beer and other beverages. Non-targeted analytical approaches, such as gas chromatography with mass spectrometry (GC-MS), can offer great insights regarding the aroma composition. However, pairing an additional complementary separation, such as that obtained by comprehensive two-dimensional gas chromatography (GCxGC) with time-of-flight mass spectrometry (TOFMS), provides ultimate resolving power and improved confidence in identifications to build the basis for state-of-the-art aroma profiling.

Thus, the use of GCxGC-TOFMS for the analysis of beers provides improved understanding of the aro-

ma composition. GCxGC typically results in better chromatographic separation for many analytes that would be coeluting in a single chromatographic dimension separation. One single analytical run already results in a great number of detected analytes, many of them with important odor characteristics. In order to investigate these analytes across larger data sets, including replicates, one needs to have sophisticated data analysis tools to handle and streamline data processing.

Figure 1 demonstrates the power of GCxGC on the example of β -myrcene (CAS: 123-35-3) and 2-octanone (CAS: 111-13-7). In this case, the two compounds have the same experimental retention time in the first dimension (RT1) and the corresponding library retention indices (RI_{lib}) for both compounds are

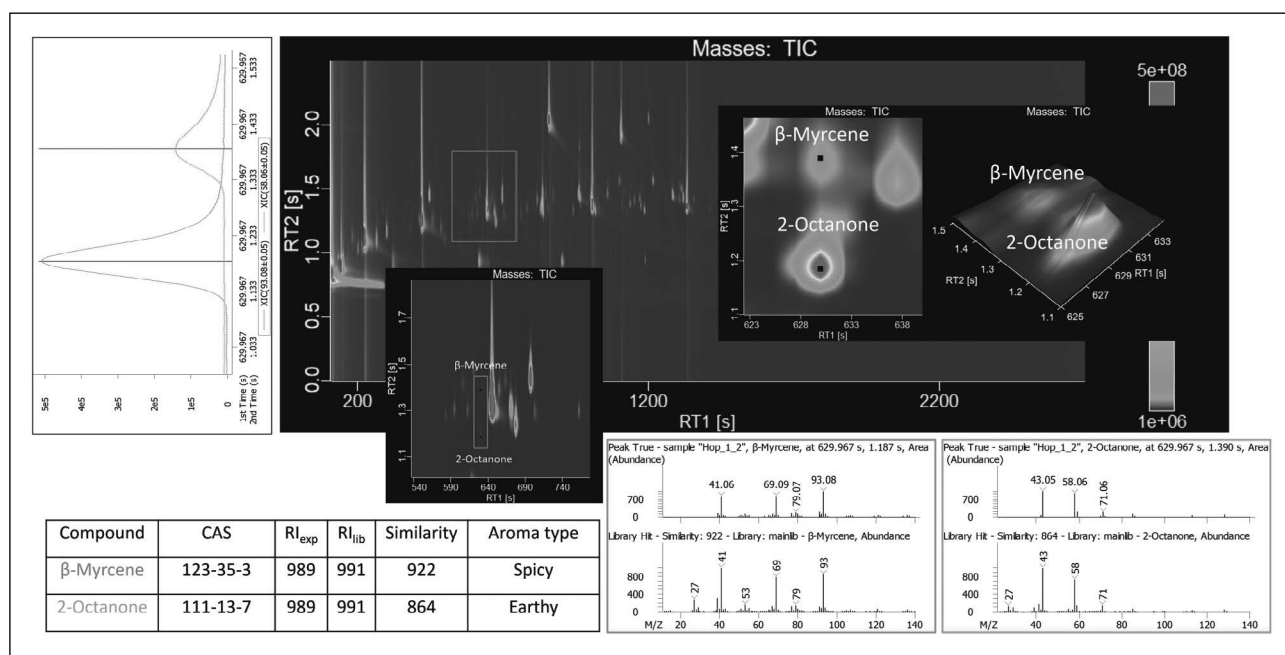


Figure 1. GCxGC separation of an HS beer sample with a zoomed-in area of two compounds having similar RT1. Here, β-myrcene and 2-octanone were chromatographically separated in the second dimension. Thanks to this improved separation the analytes could be identified easily.

identical. However, these two analytes were well separated in the second dimension allowing for a straightforward identification using the mass spectral information. Both compounds are odor active and contribute to the aroma profile of the beer.

The data processing workflow aimed to compare the different Trappist beers and investigate analyte differences and similarities. However, the amount of data generated by multiple GCxGC runs can be overwhelming and analytical chemists encounter persistent challenges when performing these types of non-targeted analyses of multiple data files. *ChromaTOF Sync 2D* is an advanced peak finding and alignment tool delivering comprehensive insights for complex GCxGC-data sets and was therefore chosen as a means of achieving this goal. As an output, chemical information from each sample is compiled in the so-called “Aligned Results Table” (ART), forming the foundation for further data investigation. Several options for visualization such as heatmaps and charts allow for exploring the trends of individual analytes or groups of compounds.

The ART in Figure 2 compiles a lot of information and the display can be tailored according to the user’s needs. In Figure 2 on the right side, the heatmap is enabled, helping with the visualization of trends. Each

column in the table corresponds to a single sample. Columns 1-3 are replicates of the Blonde beer, 4-6 are Brune, 7-9 are Fruitée, 10-12 are Grand Cru, 13-15 are Hop, 16-18 are Noël, and 19-21 are Triple. The color scale indicates relative intensity where red is higher and blue is lower, so color trends across each row indicate that analyte’s relative amount in the various beer samples.

For instance, geranyl acetate (CAS: 105-87-3), having a citrus-type odor, is particularly high in two of the seven Trappist beers, whereas the other beers display a medium or relatively low level. This can be observed in the heatmap in Figure 2 and also in the detailed information shown in Figure 3. Another example is ethyl sorbate (CAS: 2396-84-1), with green being a fruity odor, shown in Figure 4. This component is highly present in the fruity beer, and was also detected in the “Christmas-style” beer, but is totally absent in the others. As demonstrated with these two examples (see Figure 3 and Figure 4), features can be explored individually, and their relative concentrations can be displayed using a bar chart, for example.

Furthermore, class comparison based on ANOVA (Analysis of Variance) to determine statistical significance of features between sample groups or classes

Id (36)	Name	M.W.	Similarity	CAS	Quant mass	RI, Δ	S/N	Med RT1	Med RT2	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
199*	β-Myrcene	136	784	123-35-3	93.073	6	704.46	642.5	1.35																					
261	Ethyl 5-methylhexanoate	158	906	10236-10-9	88.055	-9	1903.96	760.0	1.30																					
277	1-Octanol	130	953	111-87-5	84.097	0	2510.36	780.0	1.35																					
293	2-Nonanone	142	906	821-65-6	142.141	-3	2702.16	815.0	1.41																					
3192*	Ethyl sorbate	140	902	2396-84-1	140.092	4	2206.60	830.0	1.62																					
301	Linalool	154	936	78-70-6	136.129	-1	3857.21	832.5	1.36																					
2739	n-Amyl isovalerate	172	812	25415-62-7	85.191	-3	12590.56	845.0	1.26																					
320	Acetic acid, heptyl ester	158	930	112-06-1	96.108	-4	1594.26	852.5	1.35																					
331	Fenchol	154	763	1632-73-1	81.076	5	1403.46	870.0	1.43																					
388	Benzoic acid, ethyl ester	150	928	93-89-0	150.072	-2	1243.72	959.9	1.83																					
420	Methyl salicylate	152	908	119-36-8	120.023	-1	1295.83	999.9	1.92																					
473	Benzofuran, 2-ethenyl-	144	811	7522-79-4	144.062	11	1245.81	1067.4	1.95																					
487	Isopentyl hexanoate	186	937	2198-61-0	99.083	-5	761.29	1094.9	1.34																					
552	Nonanoic acid, ethyl ester	186	961	123-29-5	141.132	-4	2129.02	1169.9	1.36																					
2199	2-Undecanol	172	828	1653-30-1	126.150	-4	773.63	1182.4	1.33																					
574	2-Methoxy-4-vinylphenol	150	895	7786-61-0	150.072	-7	4808.06	1197.4	2.06																					
585	trans-Geranic acid methyl ester	182	930	1189-09-9	114.070	-4	1877.39	1212.4	1.57																					
611	n-Caprylic acid isobutyl ester	200	938	5461-06-3	127.115	-5	1203.30	1252.4	1.33																					
621	2(3H)-Furanone, dihydro-5-pentyl-	156	946	104-61-0	85.034	-8	1594.33	1272.4	2.11																					
3068	Geranyl acetate	196	854	105-87-3	93.078	-8	772.36	1302.4	1.55																					
3083*	Octanoic acid, 3-methylbutyl ester	214	809	2035-99-6	127.123	-3	1265.24	1407.4	1.35																					
2277	α-Calacorene	200	859	21391-99-1	157.116	-1	856.16	1549.9	1.73																					
837	Dodecanoic acid, ethyl ester	228	933	106-33-2	183.182	-7	2302.63	1617.4	1.36																					
844	Humulene epoxide I	220	928	19888-33-6	93.075	-5	1243.80	1632.4	1.77																					
946	Octanoic acid, 2-phenylethyl ester	248	905	5457-70-5	104.066	-6	843.47	1944.9	1.77																					
974	Hexadecanoic acid, ethyl ester	284	963	628-97-7	101.063	-5	2782.81	2117.4	1.37																					

Figure 2. Peak identification metrics (similarity score, RI information) and relative trends (heat map color scale) for representative analytes from various compounds.

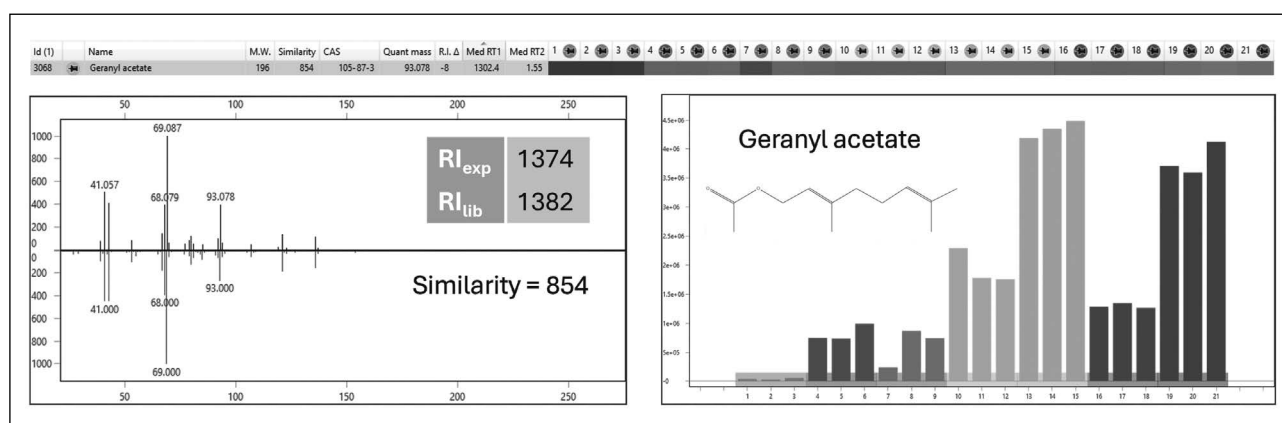


Figure 3. Relative trend of geranyl acetate (CAS: 105-87-3) identified through mass spectral and RI matching.

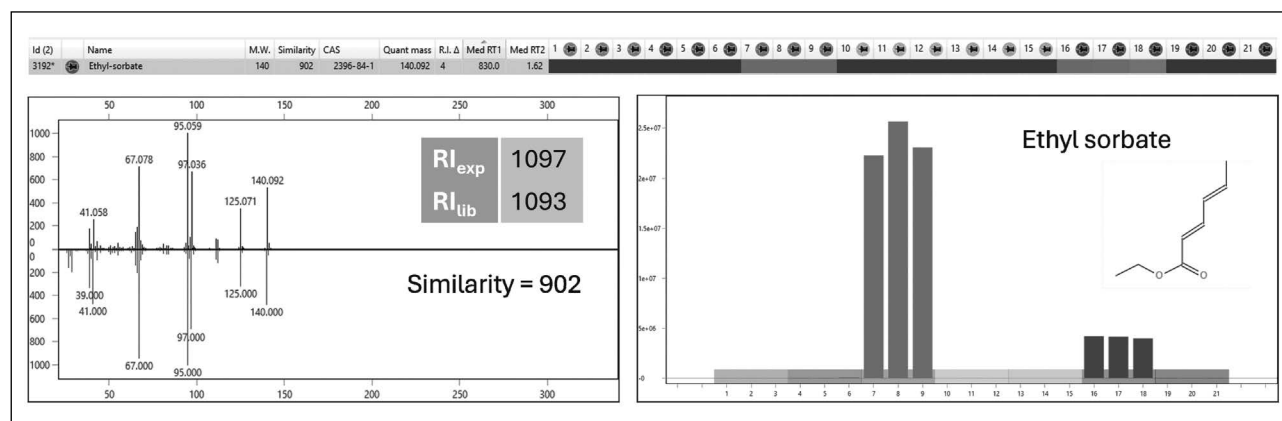


Figure 4. Relative trend of ethyl sorbate (CAS: 2396-84-1) identified through mass spectral and RI matching.

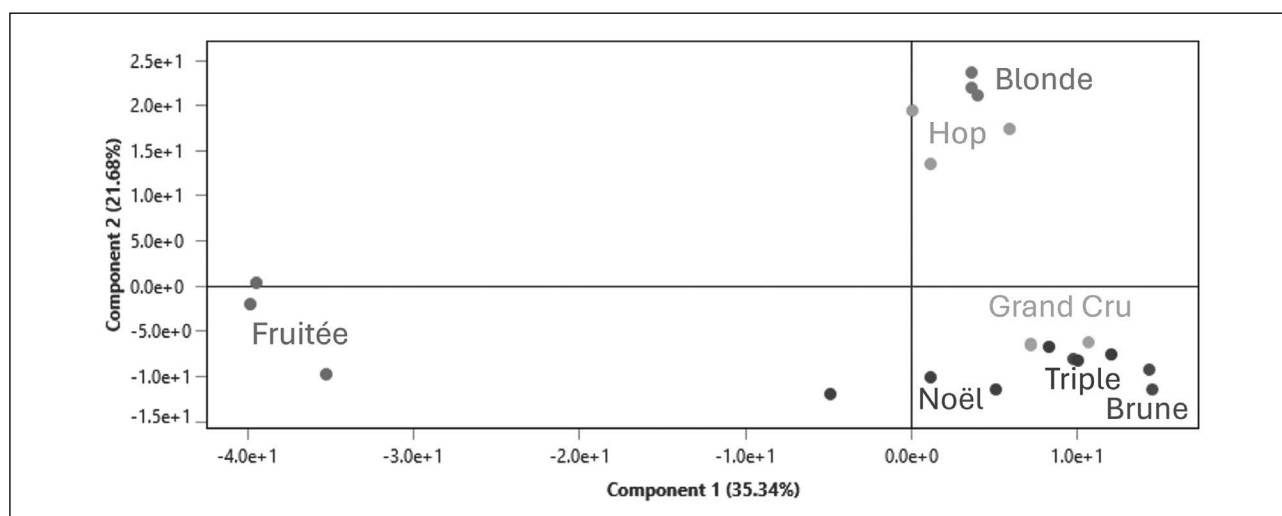


Figure 5. Principal Component Analysis (PCA) Scores plot shows three distinct main clusters for the seven Trappist Beers. Furthest apart on the left side is the fruity beer; on the top right side, the blond and the hop beer are relatively close; and on the bottom right side the four special beers are grouped together.

can help to highlight compounds of interest that distinguish the samples. To gain an overall picture, Principal Component Analysis (PCA), which is commonly employed for the reduction of high dimensional data, can be conducted to reveal clustering based on chemical similarities and differences. Figure 5 shows the scores plot as a result of the PCA run on the seven analyzed Trappist beers. The distinct grouping of the sample reflects the ingredients and specific recipes for the different beers.

Conclusion

The analysis of traditional Belgian Trappist beers using GCxGC-TOFMS combined with *ChromaTOF* Sync 2D provided deep insights into their complex aroma profiles. The enhanced chromatographic separation enabled the identification of key volatile compounds, while advanced data processing tools facilitated the comparison of different beers, revealing trends and unique characteristics. The use of statistical methods such as ANOVA and PCA further highlighted significant variations between beer samples, demonstrating the effectiveness of this approach for quality control and product development. This study underlines the importance of comprehensive analytical techniques in combination with state-of-the-art software tools to

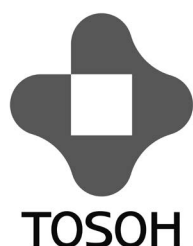
refine brewing processes and preserve the distinctive sensory attributes of traditional beers.

Acknowledgement

Maxime Pinckaers, Val-Dieu, Belgium OBiAChem, University of Liège, Liège, Belgium

References

- [1] Shellie, R. A. et al. (2009). Varietal characterization of hop (*Humulus lupulus* L.) by GC-MS analysis of hop cone extracts. *Journal of Separation Science*. <https://doi.org/10.1002/jssc.200900422>.
- [2] Ceola, D. et al. (2019). Headspace-solid phase microextraction and GC-MS followed by multivariate data analysis to study the effect of hop processing type and dry hopping time on the aromatic profile of top-fermented beers. *SEPARATION SCIENCE PLUS*. <https://doi.org/10.1002/sscp.201900012>.
- [3] Olaniran, A. O. et al. (2017). Flavour-active volatile compounds in beer: production, regulation and control. *Journal of the Institute of Brewing*. <https://doi.org/10.1002/jib.389>.
- [4] Holt, S. et al. (2019). The molecular biology of fruity and floral aromas in beer and other alcoholic beverages. *FEMS Microbiology Reviews*. <https://doi.org/10.1093/femsre/fuy041>.
- [5] <https://www.abbaye-du-val-dieu.be/en/>.



AMPLIANDO LOS LÍMITES DE LA DETECCIÓN POR LIGHT SCATTERING

Autor: Dr. Sébastien Rouzeau, director de producto de sistemas GPC/SEC, Tosoh Bioscience GmbH

La detección por light scattering (LS) es una técnica muy utilizada para obtener el peso molecular «absoluto» o verdadero de macromoléculas como polímeros sintéticos, biopolímeros, proteínas y anticuerpos. Cuando se combina con la cromatografía de exclusión por tamaño (SEC), se puede investigar el peso y el tamaño moleculares, así como la agregación o ramificación, lo que proporciona a los científicos analíticos una potente herramienta de caracterización de estas moléculas de gran tamaño.

Ya se trate de nuevos productos biofarmacéuticos o de polímeros con propiedades personalizadas, la complejidad de las macromoléculas aumenta, lo que requiere una caracterización aún más amplia y profunda para comprender plenamente el material. Con cantidades limitadas de muestras costosas disponibles para su análisis, los científicos analíticos se enfrentan al reto de encontrar nuevas tecnologías que les ayuden a mejorar y optimizar su caracterización analítica.

La última tecnología de light scattering presentada por Tosoh Bioscience cuenta con un diseño de detector totalmente nuevo que aborda las limitaciones y deficiencias de los instrumentos LS actuales de última generación.

Principios y teoría de la dispersión de la luz

Cuando un haz de luz ilumina las moléculas en un disolvente, se generan dipolos oscilantes dentro de las moléculas, que reemiten una pequeña cantidad de luz en todas direcciones. Este fenómeno físico presenta dos propiedades principales. En primer lugar, la inten-

sidad de la luz dispersada está directamente relacionada con el peso molecular de las moléculas: las moléculas de mayor peso molecular dispersan más luz. En segundo lugar, la intensidad de la luz dispersada no es idéntica en todas las direcciones, y este patrón de dispersión asimétrico está relacionado con el tamaño y la forma de las moléculas.

En consecuencia, la información sobre el peso molecular se obtiene a partir de la intensidad de la luz dispersada, mientras que el tamaño molecular se obtiene examinando los cambios de intensidad con el ángulo de observación.

Rayleigh definió la teoría y las ecuaciones de la dispersión de la luz por partículas submicrométricas. Estableció la relación entre la intensidad de la luz dispersada y el peso molecular y el tamaño de las moléculas, la concentración de la solución y el ángulo de medición.

Rayleigh determinó que el peso molecular de una molécula puede obtenerse directamente a partir de la intensidad de la luz dispersada en la misma dirección que el haz incidente (ángulo de 0°), independientemente del tamaño y la forma de la molécula.

Sin embargo, debido al haz incidente, medir la cantidad de luz dispersada en un ángulo de 0° es técnicamente imposible. No obstante, los instrumentos de light scattering tienen que sortear este reto técnico para proporcionar la información sobre el peso molecular.



Instrumentos tradicionales de Light Scattering y sus limitaciones

Los primeros instrumentos LS, en la década de 1970, utilizaban un enfoque de light scattering de ángulo bajo (LALS), en el que el ángulo de medición es lo suficientemente cercano a 0° como para suponer con seguridad que la medición en un ángulo tan bajo es la misma que la medición teórica de 0° . Este sigue considerándose el método más preciso para medir el peso molecular, ya que no requiere suposiciones ni extrapolaciones adicionales. Sin embargo, esos primeros instrumentos LALS no eran fáciles de usar y la medición de ángulo bajo por sí sola no proporciona información sobre el tamaño, ya que no mide la dependencia angular de la intensidad de la luz dispersada.

Para lograr mediciones más fáciles del peso molecular y el tamaño simultáneamente, se desarrollaron detectores de light scattering multiángulo (MALS) para recoger la luz en múltiples ángulos. Estas mediciones se extrapolan de nuevo a 0° para determinar el peso molecular (MW), mientras que el patrón de dispersión se mapea para obtener información sobre el tamaño descrita como el radio de giro (R_g).

Los instrumentos MALS suelen consistir en múltiples fotodiodos (detectores) dispuestos en el mismo plano, alrededor de una celda de flujo circular o cilíndrica (Figura 1).

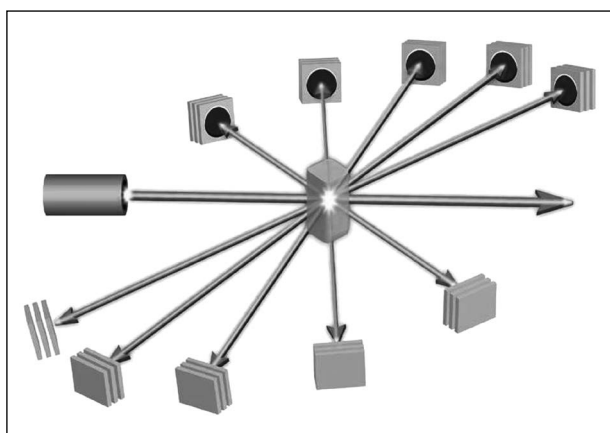


Figura 1. Configuración tradicional de MALS.

Este diseño presenta varias limitaciones técnicas, ya que su geometría ofrece un espacio limitado para la ubicación física de los detectores alrededor de la célula. Como resultado, los ángulos mínimos y máximos medibles se encuentran a cierta distancia de 0° y

180° . Además, debido al tipo de vidrio empleado para la celda de flujo óptico, se produce inevitablemente un reflejo de la luz dispersa en las paredes de la celda, lo que crea luz parásita que interfiere en la medición. El ruido resultante afecta en mayor medida a los ángulos más bajos y más altos en comparación con el ángulo de 90° . Por consiguiente, es habitual que se excluyan de su uso en el procesamiento de datos.

¿Qué significan estas limitaciones técnicas para los usuarios de SEC-MALS?

- En primer lugar, el ruido de la luz parásita limita la sensibilidad general de los detectores MALS tradicionales. Por ejemplo, esto afecta a su capacidad para detectar pequeñas cantidades de agregados proteicos, lo que aumenta la cantidad de muestra necesaria para cada análisis.
- En segundo lugar, el ángulo más bajo es fundamental para obtener un peso molecular preciso, ya que la ecuación de Rayleigh establece que el peso molecular es proporcional a la intensidad de la luz dispersada solo a 0° . La extrapolación puede provocar errores significativos en la determinación del peso molecular cuando los ángulos bajos no se pueden utilizar.
- En tercer lugar, es necesario disponer de los ángulos más bajos y más altos posibles para determinar el tamaño de las moléculas más pequeñas mediante la detección de pequeñas diferencias en la intensidad de la dispersión. En la práctica, los detectores MALS tradicionales no pueden proporcionar asimetría angular para moléculas menores de 10-12 nm (R_g).

Diseño innovador del instrumento LS

Para abordar las limitaciones señaladas, se ha desarrollado un enfoque completamente nuevo para el diseño de instrumentos MALS. El detector LenS₃ MALS combina un novedoso concepto de canal de flujo con una óptica mejorada para proporcionar más intensidad de señal y reducir el ruido central en cada ángulo de medición.

Nueva configuración del canal de flujo

La célula de flujo tradicional se sustituye por una trayectoria de flujo alargada con forma de doble cono, como se muestra en la Figura 2.

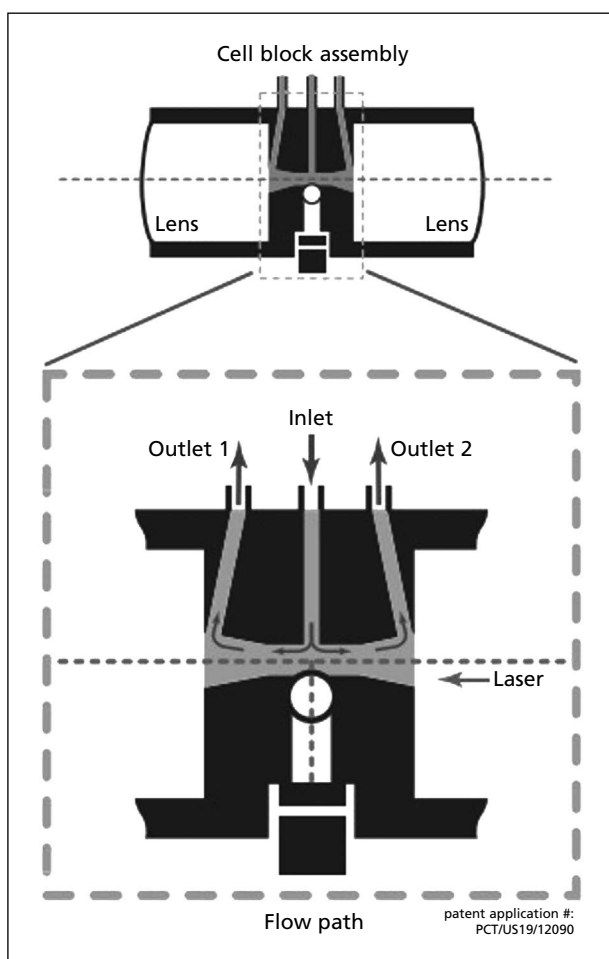


Figura 2. LenS₃ flow channel.

Este bloque celular está compuesto por un material polimérico inerte, negro y no refractivo (PEEK) ensamblado con dos lentes ópticas que sellan la cámara de flujo y permiten que el haz incidente atraviese la cámara. El flujo de entrada se divide por la mitad en el centro de la trayectoria de flujo y sale por dos salidas. El haz láser ilumina la muestra en toda la trayectoria del flujo, maximizando el volumen de dispersión y, por lo tanto, el número de moléculas que interactúan con la luz incidente y, en última instancia, aumentando las intensidades de dispersión. El material no refractivo de la cámara evita que la luz dispersada que incide en la pared rebote, lo que provocaría luz parásita y el consiguiente ruido. La forma cónica define los ángulos de recogida de la luz dispersada hacia delante (10°) y hacia atrás (170°), mientras que la medición perpendicular (90°) se realiza en el centro del canal a través de una ventana de observación independiente equipada con una lente esférica.

Óptica mejorada

El detector LenS₃ MALS también cuenta con una óptica mejorada para proporcionar aún más intensidad de luz dispersa y señales más limpias (Figura 3)

Al utilizar un láser verde ($\lambda = 505 \text{ nm}$), la intensidad dispersa aumenta en un factor de tres, en comparación con el láser rojo típico ($\lambda = 660 \text{ nm}$) utilizado en la mayoría de los instrumentos LS, ya que la dispersión es proporcional a $1/\lambda^4$.

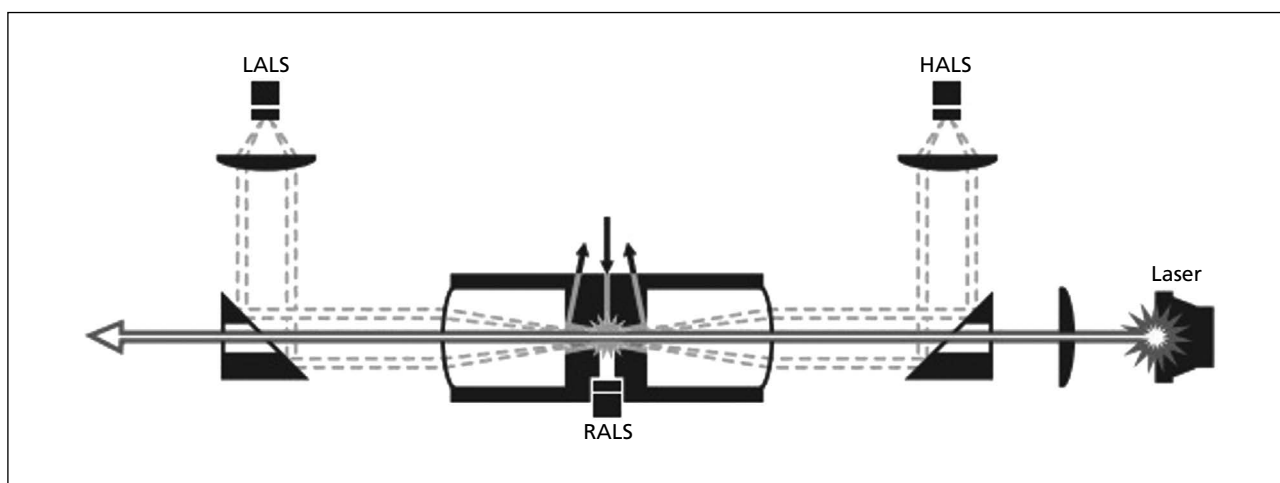


Figura 3. Óptica mejorada del LenS₃ MALS, mostrando los detectores de light scattering de ángulo bajo (LALS), ángulo recto (RALS) y ángulo alto (HALS).

El banco óptico incluye espejos tanto en la posición de retrodispersión como en la de dispersión frontal, con un orificio por el que el haz incidente puede atravesar los espejos, de modo que el haz incidente se elimina de forma eficaz. Solo se recoge el anillo de luz en los ángulos deseados de 10° y 170°.

En general, la ganancia en rendimiento y sensibilidad del detector MALS de LenS₃, en comparación con los instrumentos MALS tradicionales, proviene de la combinación de los siguientes elementos:

Ángulos de medición más amplios

- Ángulo ultra bajo real y utilizable (LALS a 10°) para una determinación precisa y directa de MW **sin extrapolación**.
- Ángulo ultra alto (HALS a 170°) utilizado junto con el LALS y el ángulo de 90° (RALS) para detectar la más mínima diferencia en la intensidad dispersa para mediciones R_g de moléculas más pequeñas.

El novedoso canal de flujo

- Forma cónica alargada para maximizar el volumen de dispersión y, por lo tanto, la intensidad de la señal.
- Material polimérico inerte de color negro que elimina la luz parásita para reducir el ruido.

Óptica avanzada

- Láser verde para aumentar la intensidad de la dispersión en un factor de tres.
- Eliminación del haz incidente para obtener una señal más limpia en ángulos bajos y altos.

Peso molecular y determinación de R_g

Gracias a la presencia de una medición de ángulo bajo con una excelente relación señal-ruido, el peso molecular se puede medir directamente en el LenS3 MALS sin necesidad de un procedimiento de extrapolación como el complejo gráfico de Zimm.

La única suposición subyacente es que, si las moléculas se encuentran dentro del rango de tamaño que pueden separar las columnas SEC, la intensidad de dispersión a 10° es igual a la intensidad a 0°. El peso molecular de las moléculas es simplemente proporcional a la intensidad LALS.

Se desarrolló un nuevo método para determinar R_g con el fin de aprovechar el diseño del detector. A partir de la ecuación de Rayleigh para soluciones suficientemente diluidas, se puede definir la dependencia angular como la relación entre la intensidad de la luz dispersada en un ángulo dado y la intensidad en un ángulo de 0°. Se utiliza un gráfico de esta relación para LALS, RALS y HALS en función del ángulo de observación para trazar el patrón de dependencia angular y proporcionar una determinación directa de R_g a partir de la pendiente de la curva obtenida (Figura 4).

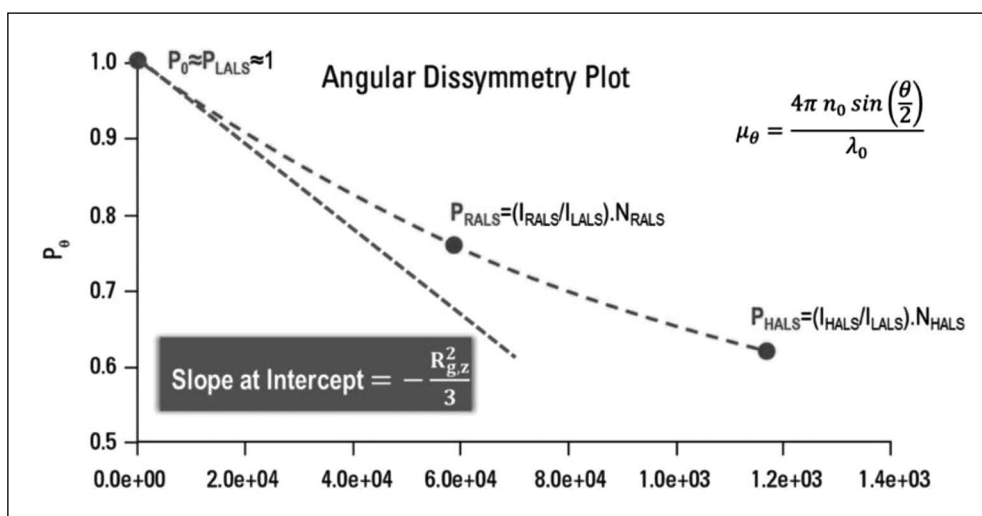


Figura 4. Gráfico de disimetría angular para la determinación directa de R_g

Ventajas para la caracterización de macromoléculas

Gracias a la mayor sensibilidad que ofrece el detector LenS₃ MALS, se requieren cantidades menores de material para caracterizar las muestras con precisión, lo cual es fundamental en aplicaciones en las que la cantidad de muestra disponible puede ser un factor limitante. En aplicaciones con proteínas, la presencia de agregados y fragmentos de un anticuerpo también se puede detectar en niveles mucho más bajos en comparación con los diseños MALS tradicionales.

Las muestras con un peso molecular bajo o un incremento del índice de refracción (dn/dc) bajo dispersan inherentemente una menor cantidad de luz. Un detector MALS como el LenS₃ permite medir el peso molecular de ese tipo de moléculas con mayor precisión.

Además, la posición de los ángulos extremos y su mayor relación señal-ruido abre nuevas áreas de aplicación para la medición del tamaño de macromoléculas con un R inferior a 10 nm.

Ejemplos de aplicaciones

Condiciones experimentales

Las condiciones experimentales para los tres ejemplos de aplicación se enumeran en Tabla 1.

Anticuerpo monoclonal

Se analizó un biosimilar de Herceptin® (trastuzumab) mediante UHPLC-SEC-MALS utilizando el detector LenS₃ MALS. Se inyectaron cantidades decrecientes de muestra para determinar el límite de detección en estas condiciones. Se observaron fácilmente agregados, monómeros y fragmentos de anticuerpos monoclonales hasta una carga de 50 ng. La figura 5 (A y B) muestra que su monómero se detectó fácilmente con solo 2 ng de carga.

Oligonucleótido

El LenS₃ MALS también se utilizó para investigar oligonucleótidos de bajo peso molecular en concentraciones extremadamente bajas. Se logró con éxito un perfil preciso del peso molecular de una muestra de oligonucleótidos sin purificar. Los resultados de la figura 6 demuestran una excelente sensibilidad y reproducibilidad del tiempo de retención y el peso molecular.

Poliestireno

El análisis de los estándares de poliestireno se realizó en tolueno para determinar el tamaño. La tabla 2 muestra valores R_g inferiores a 10 nm informados por primera vez por un light scattering. Los valores observados por el LenS₃ MALS están validados por mediciones de dispersión de rayos X de ángulo pequeño (SAXS) publicadas en la bibliografía.

Tabla 1. Condiciones cromatográficas experimentales.

	Anticuerpo monoclonal	Oligonucleótido	Poliestireno
Columnas	TSKgel [^] UP-SW3000 (2 µm; 4,6 mm × 30 cm L)	TSKgel UP-SW2000 (2 µm; 4,6 mm × 30 cm L)	TSKgel GMHHR-N (5 µm; 7,8 mm × 30 cm L)
Fase móvil	100 mmol/L NaH ₂ PO ₄ , pH 6.8 + + 100 mmol/L Na ₂ SO ₄	0,5 mol/L NaCl, 0,1 mol/L EDTA, pH 7,5 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ , 0,03 % NaN ₃ , en 0,1 mol/L Tampón fosfato	Tolueno
Caudal	0,35 ml/min	0,3 ml/min	1 ml/min
Temperatura	25 °C	30 °C	40 °C
Detección	UV@280 nm; MALS	UV@260 nm; MALS	RI; MALS
Muestra	Herceptin bio-similar	20 bases personalizadas oligonucleótido con MW = 6141 Da (1 mg/mL)	Poliestireno estándares

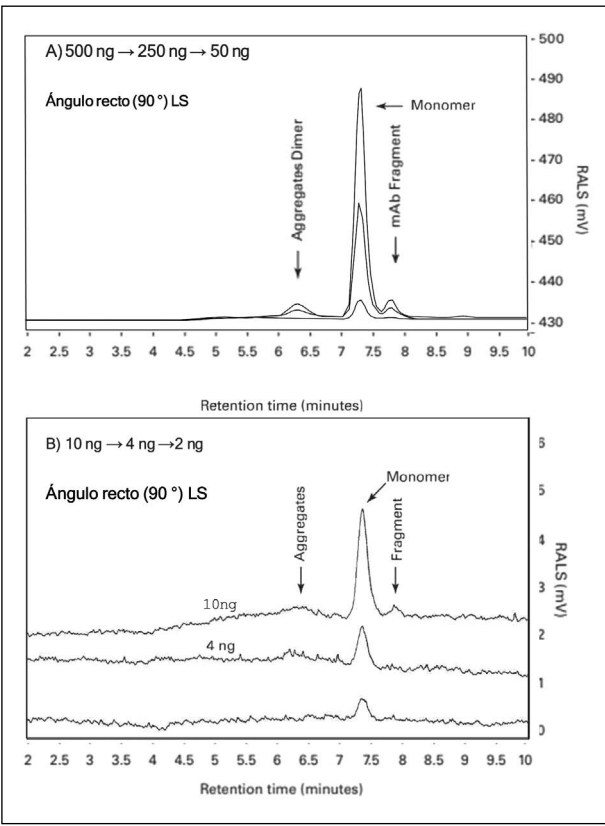


Figura 5. Señal de light scattering del biosimilar de Herceptin®.

Tabla 2. R_g de estándares de poliestireno en tolueno medición por LenS₃.

ID de la muestra	MW [Da]	Conc. [mg/mL]	R_g por LenS ₃ [nm]	R_g por SAXS [nm]	Diferencia [%]
A 5000	5.796	4,81	2,11	2,04	3,37
F 1	10.650	4,27	3,04	2,93	3,69
F-2	18.554	3,22	4,34	4,32	0,46
F 4	40.510	2,79	6,59	6,69	1,51 %
F-10	100.432	1,97	10,48	N/A	N/A
F 20	195.787	1,02	15,78	16,2	2,63

Conclusiones

La novedosa configuración del detector LenS₃ MALS cuenta con una cámara de flujo alargada fabricada con material inerte no refractivo, asociada a un banco óptico mejorado y un láser verde. Este nuevo diseño aumenta la intensidad de la señal y minimiza el ruido, lo que da como resultado una sensibilidad de detección excepcional.

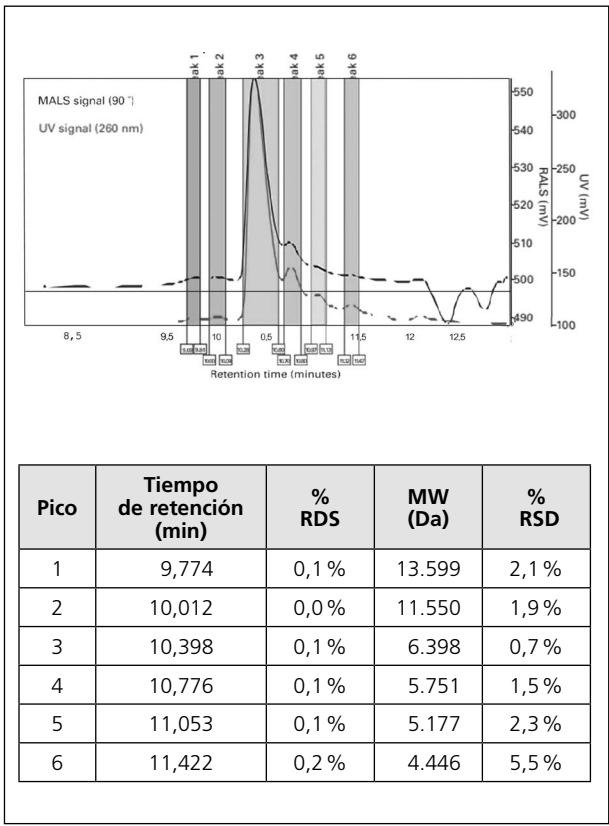


Figura 6. Análisis del peso molecular de oligonucleótidos (inyección triplicada).

Además, con ángulos extremos de 10° y 170°, además del ángulo de 90°, el instrumento puede detectar la dependencia angular a un nivel extremadamente bajo para medir el R_g más bajo jamás registrado por light scattering. El detector también aprovecha el ángulo bajo para medir MW de forma directa y precisa sin extrapolación.

Este enfoque innovador representa el primer avance significativo en las tecnologías de light scattering en cuatro décadas. Esto beneficiará al análisis de todo tipo de macromoléculas, desde biomoléculas hasta polímeros sintéticos.

Referencias

[1] Kratochvil, P. *Classical Light Scattering from Polymer Solutions*. Elsevier: Nueva York, 1987.
[2] Abe, Fumiaki, et al., *Macromolecules*, vol. 26, n.º 8 (1993), páginas 1884-1890.

Palex Improving technologies
Improving lives

SHIMADZU
Excellence in Science

APPLICATION NEWS

High Performance Liquid Chromatograph Mass Spectrometer

AN ULTRA-HIGH SENSITIVITY ANALYSIS OF 29 PFAS COMPOUNDS IN DRINKING WATER BY DIRECT INJECTION

Kazuhiro Kawakami

User Benefits

- The LCMS-8065XE enables highly sensitive and accurate analysis of 29 PFAS down to less than 1 ng/L.
- 29 PFAS can be analyzed in one cycle in 18 minutes without sample preconcentration.
- Good recovery of target PFAS is achieved in drinking water, enabling highly accurate quantification analysis.

Introduction

PFAS (Per- and Polyfluoroalkyl Substances) are synthetic fluorinated organic compounds. More than a few thousand compounds exist, each with a varied carbon chain length, functional groups, and structural isomers. Because of its useful qualities, such as their ability to repel water and their non-stickiness, PFAS are found in a wide range of consumer and industrial products, including firefighting foams and coatings. Their high stability and persistence raise concerns about their impact on human health and the environment. In recent years, regulations and studies regarding PFAS have been increasing globally. For example, the U.S. Environmental Protection Agency (EPA) has set a Maximum Contaminant Level (MCL) of 4 ng/L for PFOA and PFOS in drinking water. To improve the analysis of PFAS, more sensitive, accurate and faster methods are needed. This application introduces the ultra-high sensitivity analysis of 29 PFAS in drinking water by direct injection using the LCMS-8065XE (Fig. 1) and addresses the demands of testing laboratories for PFAS quantification.



Fig. 1. LCMS-8065XE.

Analytical conditions

The HPLC and MS analytical conditions are shown in Table 1 and 2. The test compounds used were the 29 compounds included in methods EPA 533 and 537.1 for drinking water analysis. The LCMS-8065XE is equipped with a new ESI probe (StreamFocus) and a new collision cell (UFSweeper™ IV), providing more sensitive and accurate results in PFAS analysis. A delay column was installed between the mixer and autosampler to separate PFAS from the HPLC system and those in the sample. To ease the analysis, same type of column is used as delay and analytical columns.

Table 1. HPLC conditions.

[HPLC conditions] (Nexera™ X3)	
Analytical column	Shim-pack Scepter™ C18-120* ¹ (50 mm × 3 mm I.D., 1.9 μm)
Delay column	Shim-pack Scepter C18-120* ¹ (50 mm × 3 mm I.D., 1.9 μm)
Mobile phases	A) 2 mmol/L AcONH ₄ in H ₂ O B) Methanol
Measurement time	18 min
Oven temperature	40 °C
Injection volume	20 μL

*¹ P/N: 227-31013-01.

Table 2. MS conditions.

[MS conditions] (LCMS-8065XE)	
Ionization	ESI (Negative)
Interface voltage	−0.2 kV
Focus voltage	0 kV
Nebulizing gas flow	1.1 L/min
Drying gas flow	5 L/min
Heating gas flow	15 L/min
Interface temperature	200 °C
DL temp.	200 °C
Heat Block temperature	200 °C
MRM transitions	(refer to Table 3)

Table 3. MRM transitions.

	Compound name	MRM transitions	Polarity
1	PFBA	213.00 > 169.00	—
2	PFPeA	263.00 > 219.00	—
3	PFHxA	312.95 > 269.00	—
4	PFHpA	362.95 > 319.00	—
5	PFOA	412.95 > 369.00	—
6	PFNA	462.95 > 418.95	—
7	PFDA	512.95 > 468.95	—
8	PFUnA	562.95 > 518.95	—
9	PFDoA	612.95 > 568.95	—
10	PFTriDA	662.95 > 618.95	—
11	PFTeDA	712.95 > 668.95	—
12	PFBS	298.95 > 79.95	—
13	PFPeS	348.95 > 79.95	—
14	PFHxS	398.95 > 79.95	—
15	PFHpS	448.95 > 79.95	—
16	PFOS	498.95 > 79.95	—
17	4:2FTS	326.95 > 306.95	—
18	6:2FTS	426.95 > 406.95	—
19	8:2FTS	526.95 > 506.95	—
20	NMeFOSAA	569.95 > 418.95	—
21	NEtFOSAA	584.00 > 418.95	—
22	HFPO-DA	285.00 > 169.00	—
23	ADONA	376.95 > 251.00	—
24	9Cl-PF3ONS	530.90 > 350.05	—
25	11Cl-PF3ONS	630.90 > 450.95	—
26	PFEESA	314.95 > 135.00	—
27	PFMPA	228.95 > 85.00	—
28	PFMBA	278.95 > 85.00	—
29	NFDHA	294.95 > 201.00	—

Sample preparation

The samples were prepared in H₂O/MeOH (50/50, v/v) without time consuming pretreatment such as solid-phase extraction. Internal standards were added to the samples to a concentration of 10 ng/L (20–40 ng/L for some compounds).

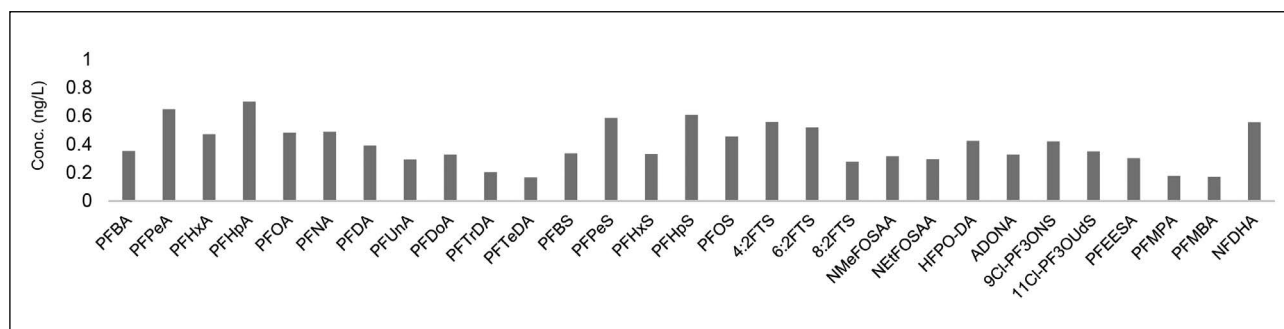
Method detection limit (MDL)

A PFAS mixed standard sample was prepared at a concentration of 1 ng/L. Seven replicates were analyzed and the MDLs were calculated. As summarized in Fig. 2, the MDLs for different classes of PFAS in the method, including carboxylic and sulfonic acids, ethers (carboxylic and sulfonic acids), FTSs, FOSAs, and FOSAAs, are less than 1 ng/L without the need of sample preconcentration.

The MDLs for PFOA and PFOS were 0.48 ng/L and 0.45 ng/L, respectively, an order of magnitude lower than the MCL and required by EPA. These MDLs are suitable to address the PFAS testing needs within the countries in the European Union and under the Water Framework Directive, where local limits are under development and the strictest being < 1 ng/L.

Calibration curve and MRM chromatogram

A series PFAS mixed standard samples (7) were prepared so that the target compounds were in the range of 1-100 ng/L to create a calibration curve. As an example, Fig. 3 shows the calibration curves for PFOA and PFOS, as well as the MRM chromatogram at 1 ng/L, the lowest point of the calibration range.


Fig. 2. MDL (99 % confidence interval) of the target compound.

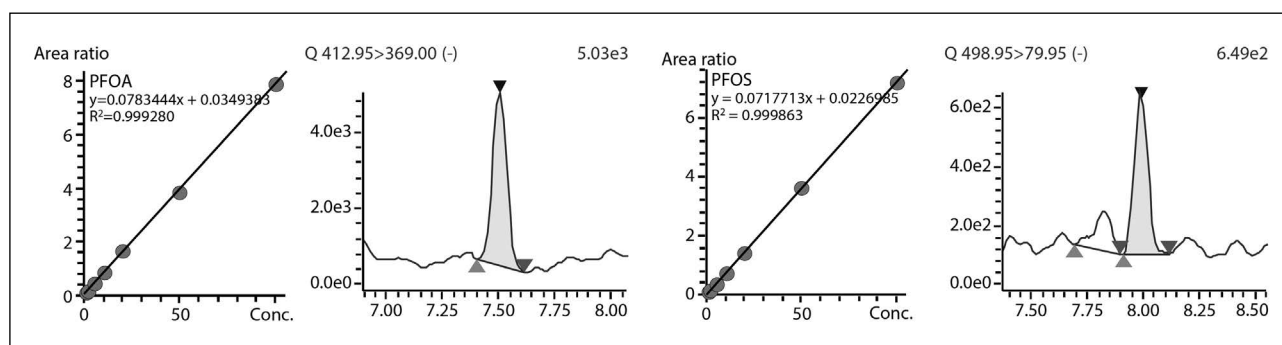


Fig. 3. Calibration curves and MRM chromatograms of PFOA (left) and PFOS (right).

The calibration curves showed good linearity for both PFOA and PFOS, with the accuracy of each calibration point being within the range of 80-120%. Furthermore, the accuracy of each calibration point for the other target compounds was within the range of 70-130%.

Recovery test in drinking water

Following the method described above, the drinking water samples were diluted with MeOH (50/50, v/v) before analysis. The samples were fortified with a PFAS standard at a concentration of 4 ng/L of each compound. PFBA and PFHxA were quantified in the drinking water samples, recovery was calculated by

subtracting the concentration detected in the drinking water. Fortified samples were analyzed 7 times. Each sample showed excellent recovery in the range of 80-120% for all tested compounds with reproducibility of within 20% (Fig. 4).

Conclusion

- 29 of PFAS in drinking water were measured with high sensitivity (<1 ng/L) by direct injection method using the LCMS-8065XE.
- Good recovery and reproducibility were obtained in drinking water samples, confirming that this analytical method can deliver accurate quantification for PFASs in drinking water.

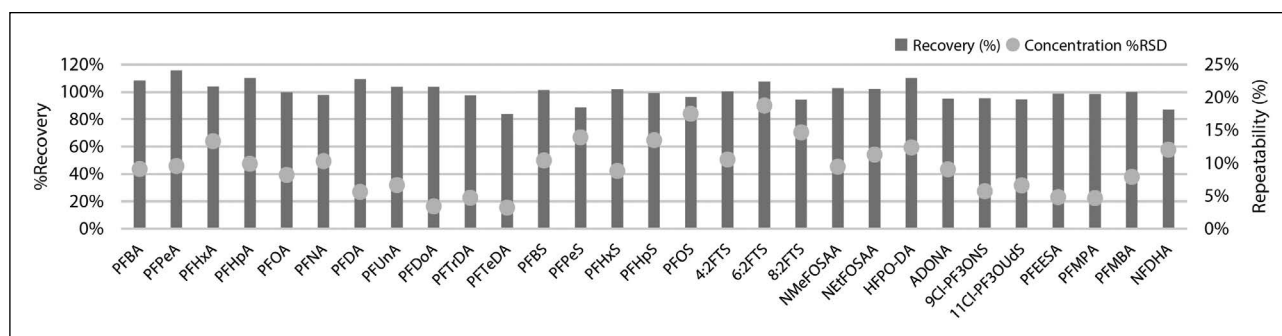


Fig. 4. Recovery and reproducibility of drinking water spiked with 4 ng/L (n = 7).

UFSwepser, Nexera, and Shim-pack Scepter are trademarks of Shimadzu Corporation or its affiliated companies in Japan and/or other countries.



Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/

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

This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu.

See <http://www.shimadzu.com/about/trademarks/index.html> for details.

Third party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®".

Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

01-01026-EN

First Edition: Aug. 2025

NOVEDADES TÉCNICAS



DISOLVENTES GC-HEADSPACE SCHARLAU

La detección y cuantificación precisa de disolventes residuales es un reto fundamental en la industria farmacéutica, tanto por la estricta regulación internacional como por la necesidad de garantizar la seguridad del consumidor. En este contexto, la cromatografía de gases con espacio de cabeza (GC-Headspace) se ha consolidado como la técnica de referencia para el análisis de compuestos orgánicos volátiles.

El recién renovado **White Paper de Scharlau** muestra evidencia comparativa sobre la pureza y el rendimiento de sus disolventes GC-Headspace frente a los principales productos de la competencia. Los resultados muestran que los **disolventes para GC-HS Scharlau** presentan niveles de impurezas significativamente inferiores, lo que se traduce en cromatogramas más limpios y fiables, sin picos interferentes en el rango de interés analítico.

El estudio destaca, por ejemplo, la comparación de la NMP (1-Metil-2-pirrolidona) de Scharlau frente a otras marcas. Mientras que el cromatograma de Scharlau es limpio y libre de interferencias, los productos alternativos presentan señales que pueden comprometer la interpretación de resultados. Además, Scharlau garantiza en todos sus lotes niveles de impurezas por debajo de los límites establecidos en la guía ICH Q3C, superando los estándares mínimos exigidos por las farmacopeas USP y Ph Eur.

Ventajas técnicas

- **Pureza optimizada:** Disolventes libres de impurezas volátiles, ideales para análisis sensibles.
- **Reproducibilidad:** Consistencia entre lotes, facilitando auditorías y validaciones.
- **Protección del equipo:** Menor riesgo de residuos y mantenimiento.
- **Estabilidad térmica:** Integridad bajo condiciones exigentes de análisis.

La apuesta por disolventes para GC-HS Scharlau representa un avance en la fiabilidad analítica y la seguridad en el sector farmacéutico. Los datos presentados en el White Paper refuerzan la posición de Scharlau como referente en soluciones para GC-Headspace.



Descarga el White Paper completo y consulta los datos, cromatogramas y tablas comparativas.





VNIVERSIDAD
D SALAMANCA



1.^{er} Congreso de

ANÁLISIS INSTRUMENTAL

Desarrollos y aplicaciones

21-24 de Julio de 2026

Hospedería del Colegio Fonseca
Universidad de Salamanca



